

НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ УКРАЇНИ
«КИЇВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ ІМЕНІ ІГОРЯ СІКОРСЬКОГО»
МІНІСТЕРСТВА ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ УКРАЇНИ
«КИЇВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ ІМЕНІ ІГОРЯ СІКОРСЬКОГО»
МІНІСТЕРСТВА ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ

Кваліфікаційна наукова
праця на правах рукопису

СИДОРЕНКО СЕРГІЙ БОРИСОВИЧ

УДК 537.521, 537.525, 533.9.07, 621.38, 62-408.8

ДИСЕРТАЦІЯ

**Імпульсний розряд в схрещених полях для отримання покриттів з
розгалуженою поверхнею**

Спеціальність 05.27.02 – вакуумна, плазмова та квантова електроніка
Технічні науки

Подається на здобуття наукового ступеня кандидата технічних наук

Дисертація містить результати власних досліджень. Використання ідей,
результатів і текстів інших авторів мають посилання на відповідне джерело

 С.Б. Сидоренко

Науковий керівник: Кузьмичев Анатолій Іванович, д.т.н., професор.

Київ – 2021

АНОТАЦІЯ

Сидоренко С.Б. "Імпульсний розряд в схрещених полях для отримання покриттів з розгалуженою поверхнею" – Кваліфікаційна наукова праця на правах рукопису.

Дисертація на здобуття наукового ступеня кандидата технічних наук (доктора філософії) за спеціальністю 05.27.02 "Вакуумна, плазмова та квантова електроніка".

Національний технічний університет України "Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського".

Національний технічний університет України "Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського".

Київ, 2021.

Дисертаційна робота присвячена актуальній темі отриманню покриттів з розгалуженою поверхнею при використанні імпульсного розряду в схрещених електромагнітних полях. Розглянуто вплив імпульсного режиму термоіонного осадження на властивості покриттів.

В вступі обґрунтовується актуальність теми дисертаційної роботи. В ньому сформульовано мету та основні задачі дослідження, зазначено об'єкт, предмет досліджень, наукова новизна та практична цінність роботи, особистий внесок автора і відомості про апробацію результатів досліджень, вказано кількість публікацій автора, де описані результати, що використовуються в роботі.

Перший розділ базується на огляді та аналізі джерел літератури, присвячених актуальності теми дисертації. Розглянуто різноманітні іонно-плазмові методи нанесення покриттів в вакуумному середовищі, проаналізовано їх недоліки та переваги. Зроблено акцент на імпульсні методи нанесення покриттів при іонно-плазмовому осадженні та на використання технологічних імпульсних модуляторів (ТІМ) для живлення генераторів плазми чи подачі напруги зміщення на об'єкт нанесення покриття. Вказано, що амплітуда та скважність імпульсів ТІМ являються параметрами, що впливають на температурні режими осадження покриття та

відповідно на структури плівок при імпульсному іонно-плазмовому осадженні. Відзначено, що для іонно-плазмових методів нанесення покриттів ефективним являється збудження розряду в схрещених полях. Розглянуто способи отримання розгалужених поверхонь на алюмінієвій конденсаторній фользі. Зроблено висновок, що для отримання розгалуженої поверхні на анодній конденсаторній фользі є доцільним використання вакуумної технології імпульсного реакційного іонно-плазмового осадження зі збудженням розряду в схрещених полях, що дозволить уникнути забруднень на фользі та створить покриття з розгалуженою поверхнею та гарною адгезією.

Другий розділ присвячений методиці проведення експериментів та досліджень. В ньому описуються:

методики та обладнання для дослідження характеристик імпульсного магнетронного розряду;

методики та обладнання для нанесення покриттів при термоіонному осадженні з імпульсним індукційним збудження розряду;

методики дослідження покриттів з розгалуженою поверхнею, отриманих в розряді зі схрещеними полями.

У **третьому розділі** розглядається розряд в імпульсній магнетронній розпилувальній системі (МРС). Джерелом живлення МРС є імпульсний модулятор, який можна виконати на різних комутуючих приладах. Показано доцільність застосування при дослідженні, відпрацюванні та використанні імпульсних іонно-плазмових технологій електронно-вакуумні комутуючі елементи (КЕ) з ВАХ пентодного типу, які витримують більш довгострокові перевантаження порівняно з напівпровідниковими КЕ та сприяють дугогасінню. Розроблена бібліотека електронно-вакуумні КЕ з ВАХ пентодного типу та вказані рекомендації по їх моделюванню.

Представлені електричні схеми розроблених джерел живлення потужного технологічного обладнання, в яких при розробці використовувались моделі комутуючих елементів з створеної бібліотеки.

Надані та проаналізовані експериментальні дані дослідження розряду МРС, що були навантаженням створених імпульсних модуляторів, при цьому піковий струм був до 2 А, питома потужності мішені – до 145 Вт / см² при імпульсній напрузі живленням 2 кВ від модулятора, що працює в режимі джерела струму.

Виявлено та описано коливні процеси, що виникають у МРС при певних тисках у вакуумній камері для режиму слабострумного розряду. Період коливань тривав ~ 20 – 80 мкс, амплітуда напруги та струму на магнетроні знаходилась в межах ~ 500 – 650 В та ~ 0,3 – 1,6 А для мішені ~ 200 см².

Із досліджень роботи імпульсної МРС отримані спрощені діаграми процесів, що описують динаміку розвитку імпульсного розряду в схрещених полях. Діаграми відображають роботу МРС з підготовчим високовольтним малострумним розрядом та без нього. В розділі описано та проаналізовано передрозрядний період розряду, перехід у сильнострумний режим, квазістаціонарний, післярозрядний періоди.

В розділі представлено серію дослідів, що виявляють ефект впливу на склад та морфологію тонких плівок імпульсного режиму роботи МРС порівняно з безперервним. В дослідях проводилось розпилення індію в середовищі аргону та суміші аргону і азоту. Розмір нерівностей, визначений з профілограм, був значно більшим для безперервного осадження, ніж для імпульсного, хоч вільного індію в плівках при імпульсному напиленні було більше.

Була встановлена відмінність термічного впливу імпульсного та безперервного режимів магнетронного розпилення вимірюванням температури за допомогою термopар, розташованої на місці підкладки, при цьому на неї подавалась негативна напруга зміщення величиною мінус 100 В. Середня потужність, яка виділяється на підкладці за рахунок іонного бомбардування, була приблизно одна і та ж при імпульсному та безперервному осадженні. Показано, що імпульсне розпилення дозволяє істотно знизити термічний вплив на мішень та підкладку, хоча сама поверхня конденсації в кінці кожного імпульсу може нагріватися до величини, що перевищує температуру підкладки при безперервному осадженні.

В четвертому розділі розглянуто взаємодію заряджених частинок з електромагнітним полем, збудженим індуктором. Показано, що індуктори

розташовані над тиглем для іонізацій парового потоку повинні збуджувати не тільки розряд Н-типу. За рахунок розподіленого по всій довжині індуктора миттєвого потенціалу між витками індуктору існує електричний потенціал достатній для збудження розряду Е-типу. Таким чином в індукторі виникає розряд гібридного типу, причому лінії магнітного поля перетинаються з лініями магнітного поля в складній конфігурації.

Для спрощення розуміння та моделювання процесів, які відбуваються в розряді та ланцюгах живлення індуктору запропонована еквівалентна схема індуктору. В ній індуктор представлений, як набір однакових ланок з зосередженими елементами (індуктивностями, ємностями та опорами). Такий підхід пояснює виникнення напруги між витками і, відповідно, виникнення розряду Е-типу.

В п'ятому розділі розглядається використання імпульсного розряду в схрещених полях для створення покриттів з розгалуженою поверхнею, що мають різноманітні галузі застосування, такі як сорбція молекул рідин та газів, світло- та теплопоглинання... і можуть використовуватись в конденсаторах, гетерах, каталізаторах, сенсорах... Описана установка термоіонного реакційного осадження з імпульсним збудженням розряду за допомогою індуктору.

Основним предметом дослідження стали плівки конденсату Al-O з розгалуженою поверхнею. Виявлена залежність зміни морфології структури покриття від відношення тиску кисню у вакуумній камері до швидкості осадження (P_{O_2}/V_k). Морфології поверхні змінювалась від граненої з відносно великими кристалітами до глобулярної з малими елементами мікроструктури. Конденсати змінювали колір від світлих до сірих та чорних. Було встановлено, що при реакційному імпульсному термоіонному осадженні алюмінію в середовищі кисню спостерігається максимум розгалуженості поверхні при параметрі $P_{O_2}/V_k \sim 2,1 \cdot 10^{-1}$ Па·хв/мкм. Максимальна питома ємність C_0 зразків відповідала сірим конденсатам і сягала значень близько 150 мкФ/см^2 , при цьому для гладкої алюмінієвої фольги $C_0 = 0,6 \text{ мкФ/см}^2$, що вимірювалась за аналогічною методикою. В розділі також приводяться дослідження впливу методу напilenня і матеріалу покриття на його питому ємність. Покриття отримані при електронно-променевому випаровуванні в режимі ТІО та без нього

відрізняються незначно, але при використанні методу ТІО з імпульсним збудженням розряду мали кращу адгезію конденсату на алюмінієвій конденсаторній фользі. Використання магнетронного методу нанесення покриття спричиняє збільшення початкової ємності вдвічі. При нанесенні покриттів з титану та танталу замість алюмінію також спостерігалось збільшення ємності, що пояснюється більшою діелектричною сталою для окислів цих металів в порівнянні з алюмінієм.

Ключові слова: покриття з розгалуженою поверхнею, імпульсний розряд в схрещених полях, імпульсний модулятор, іонно-плазмове осадження, термоіонне осадження, імпульсне магнетронне розпилення, електронно-променеве випаровування, питома ємність конденсаторної фольги.

ABSTRACT

Sidorenko S.B. "Pulsed discharge in crossed fields for obtaining coatings with a voluminous surface" - Qualifying scientific work on the manuscript.

Ph.D. thesis on speciality for candidate's degree of technical science 05.27.02 "Vacuum, plasma and quantum electronics".

National Technical University of Ukraine "Igor Sikorsky Kyiv Polytechnic Institute"

National Technical University of Ukraine "Igor Sikorsky Kyiv Polytechnic Institute"

Kyiv, 2021

The dissertation is devoted to the actual topic of obtaining coatings with a voluminous surface using a pulsed discharge in crossed electromagnetic fields. The influence of the pulsed regime of thermoionic deposition on the properties of coatings is considered.

The introduction substantiates the relevance of the topic of the dissertation. It formulates the purpose and main objectives of the study, indicates the object, subject of research, scientific novelty and practical value of the work, personal contribution of the author and information about the approbation of research results, the number of publications, which describes the results used in the work.

The first chapter is based on a review and analysis of literature sources on the relevance of the dissertation topic. Various ion-plasma coating methods in a vacuum are considered, their disadvantages and advantages are analyzed. Made accent on the pulse methods of the coating at ion-plasma deposition and on the use of technological pulse modulators (TPM) for powering plasma generators or applying a bias voltage to the coating object.. It is showed that the amplitude and duty cycle pulses of TPM are parameters influencing the coating deposition temperature and according to the film structure under pulse ion-assisted deposition (IAD). It is noted that ion-plasma coating techniques is effective excitation of discharge in crossed fields. Methods of obtaining branched surfaces on aluminum capacitor foil are considered.

It is concluded that to obtain a voluminous surface on the anode capacitor foil, it is efficient to use vacuum technology of pulsed reaction ion-plasma deposition with plasma excitation in crossed fields, thus avoiding contamination on the foil and create a coating with a voluminous surface and good adhesion.

The second chapter is devoted to methods of experimentation and research. It describes:

techniques and equipment for studying the characteristics of the pulsed magnetron discharge;

techniques and equipment for coating under ion-assisted deposition with pulsed induction plasma excitation;

methods for the study of voluminous surface coatings obtained in the crossed fields discharge.

The third chapter considers the discharge in a pulsed magnetron sputtering system (MSS). The power source of the MSS is a pulse modulator, which can be performed on various switching devices. The expediency of using electron-vacuum switching elements (SE) with pentode type I-V characteristics, which withstand longer-term overloads in comparison with semiconductor SEs and promote arc quenching, is shown in the research, testing and use of pulsed IAD technologies. A library of electron-vacuum SEs with pentode type I-V characteristics has been developed and recommendations for their modeling have been given.

Electrical schemes of the developed power supplies of powerful technological equipment are presented, in which models of switching elements from the created library were used during the development.

Presented and analyzed experimental data of the study crossed fields discharge MSS, which were the load of the created pulse modulators, with a peak current of up to 2 A, the specific power of the target - up to 145 W/cm² at a pulse voltage of 2 kV from the modulator operating in current sources.

The oscillatory processes occurring in the MSS at definite pressures in the vacuum chamber for the low-current discharge regime are identified and described.

The oscillation period was $\sim 20 - 80 \mu\text{s}$, the amplitude of voltage and current on the magnetron was in the range of $\sim 500 - 650 \text{ V}$ and $\sim 0.3 - 1.6 \text{ A}$ for target $\sim 200 \text{ cm}^2$.

Simplified process diagrams describing the dynamics of pulsed crossed fields discharge development have been obtained from studies of the work of pulsed MSS. The diagrams show the working of the MSS with and without a preparatory high-voltage low-current discharge. The pre-discharge period of the discharge, the transition to high-current mode, quasi-stationary, post-discharge periods were described and analyzed in the chapter.

The chapter presents a series of experiments that reveal the effect of the influence on the composition and morphology of thin films of the pulsed mode of MSS operation compared to continuous. In experiments, indium was sputtering in argon and a mixture of argon and nitrogen.

The difference between the thermal effects of pulsed and continuous magnetron sputtering was established by measuring the temperature using a thermocouple located at the substrate, and it was supplied with a negative bias voltage of minus 100 V. The average power released on the substrate by ion bombardment was approximately the same for pulsed and continuous deposition. It is shown that pulse sputtering can significantly reduce the thermal influence on the target and the substrate, although the condensation surface at the end of each pulse can be heated to a value exceeding the temperature of the substrate during continuous deposition.

In the fourth chapter, the interaction of charged particles with the electromagnetic field excited by the inductor is considered. It is shown that inductors located above the

crucible for ionization of the steam flow may excite not only the H-type discharge. Due to the distributed along the length of the inductor instant potential between the inductor coils exists the electric potential sufficient to excite the E-type discharge. Thus, a hybrid type discharge occurs in the inductor, and the magnetic field lines intersect with the magnetic field lines in a tangled configuration.

To simplify the understanding and modeling of the processes occurring in the discharge and power supply circuits of the inductor, an equivalent inductor circuit is proposed. In it, the inductor is presented as a set of identical units with concentrated elements (inductors, capacitors and resistors). This approach explains the occurrence of voltage between the turns and, accordingly, the occurrence of E-type discharge.

The fifth chapter considers the use of pulsed discharge in crossed fields to create voluminous surface coatings that have various applications, such as sorption of liquid and gas molecules, light and heat absorption... and can be used in condensers, getters, catalysts, sensors... The reaction ion-assisted deposition system with pulsed excitation of discharge by means of an inductor is described.

The main subject of the study appeared to Al O condensation film with voluminous surface. The dependence of the change in the morphology of the coating structure on the ratio of oxygen pressure in the vacuum chamber to the deposition rate (P_{O_2}/V_K) was revealed. The surface morphology has been changing from faceted with relatively large crystallites to globular with small elements of the microstructure. The condensates has been changing color from light to gray and black. It was found that reactive pulsed ion-assisted deposition of aluminum in an oxygen environment has a maximum surface roughness at the parameter $P_{O_2}/V_K \sim 2,1 \cdot 10^{-1} \text{ Pa} \cdot \text{min}/\mu\text{m}$. The maximum specific capacity C_0 of the samples has corresponded gray condensates and reached values of about $150 \mu\text{F}/\text{cm}^2$, while for smooth aluminum foil it has been $C_0 = 0.6 \mu\text{F}/\text{cm}^2$, which has measured by a similar method. The chapter also contains the research of the influence of the deposition coating material on its specific capacity. Coatings obtained by electron-beam evaporation in the IAD mode and without it differ slightly, but when using the IAD method with pulsed discharge excitation had better adhesion of condensation on aluminum capacitor foil. The use of the magnetron coating method leads to a doubling of the initial capacity. When using titanium and tantalum

coatings instead of aluminum, an increase in capacitance was also observed, due to the higher dielectric constant for oxides of these metals compared to aluminum.

Keywords: coating with voluminous surface, pulse discharge in crossed fields, pulse modulator, ion-assisted deposition, thermoionic deposition, pulsed magnetron sputtering, electron-beam evaporation, specific capacity of capacitor foil.

СПИСОК ОПУБЛІКОВАНИХ ПРАЦЬ ЗА ТЕМОЮ ДИСЕРТАЦІЇ

За результатами досліджень опубліковано 29 наукових праць, у тому числі 10 статей у наукових фахових виданнях (з них 1 стаття у виданні іноземної держави, що входять до Європейського Союзу, 2 – у виданнях України, які включені до міжнародних наукометричних баз), 1 патент на корисну модель, 17 тез доповідей в збірниках матеріалів конференцій.

Статті у наукових фахових виданнях, у т.ч. статті у виданнях іноземних держав або у виданнях України, які включені до міжнародних наукометричних баз.

1. С. Б. Сидоренко, "Выбор ключевых элементов для технологических импульсных модуляторов", *Электроника и связь*, вып. 2, ч. 1, Киев, с. 102 – 105, 1997.
2. С. Б. Сидоренко, "Моделирование высоковольтного источника питания с электронно-вакуумным регулирующим элементом", *Электроника и связь*, вып. 4, ч. 2, Киев, с. 211 – 215, 1998.
3. А. И. Кузьмичев, Ю. В. Мельник, С. Б. Сидоренко, А.В. Беспалько, "Стабилизированный регулируемый источник питания для электронно-лучевого испарителя", *Электроника и связь*, вып. 4, ч. 3, Киев, с. 500 – 504, 1998.
4. С. Б. Сидоренко, "Коливні процеси слабострумного магнетронного розряду в розпилювальній системі", *Електроніка і зв'язь*. № 6, т. 2. Киев, с. 25 – 29, 1999.
5. С. В. Денбновецкий, Р. Хипплер, А. И. Кузьмичев, В. Ю. Куликовский, С. У. Нисимов, С. Б. Сидоренко, "Запаздывание возникновения разряда в импульсных магнетронных распылительных устройствах", *Электроника и связь*. № 8, т. 2. Киев, с. 195 – 198, 2000.
6. А. И. Кузьмичев, В. Ю. Куликовский, С. Б. Сидоренко, "Динамические характеристики импульсной магнетронной распылительной системы", *Известия Академии наук. Сер. Физическая*, т.64, № 7, с. 1317-1321, 2000 (SCOPUS).
7. A. Kuzmichev, S. Sidorenko, H. Steffen, R. Hippler, V. Kulikovsky, "Investigation of a pulsed magnetron sputtering discharge with a vacuum pentode modulator power supply", *Vacuum*, v. 72, n. 1, pp. 59 – 69, 2004. DOI:10.1016/S0042-207X(03)00100-3 (SCOPUS).

8. С. Б. Сидоренко, О. М. Бевза, Я. С. Сидоренко, "Дослідження чинників впливу на одержання розвинутої поверхні конденсату Al–O", *Наносистеми, наноматеріали, нанотехнології. Nanosistemi, Nanomateriali, Nanotehnologii*, т. 15, № 1, с.133–139, 2017 (SCOPUS).
9. О. М. Бевза, С. Б. Сидоренко, А. В. Мумладзе, "Осаждение двухкомпонентного состава, содержащего магнитный материал, при помощи магнетронной распылительной системы", *Наносистеми, наноматеріали, нанотехнології. Nanosistemi, Nanomateriali, Nanotehnologii*, т. 14, № 4, с. 577–589, 2016 (SCOPUS).
10. С. Б. Сидоренко, "Отримання та дослідження конденсату Al-O з розвинутою поверхнею при реакційному іонному осадженні", *Electron Commun*, v.22, №3, 2017.

Статті в інших виданнях

11. А. И. Кузьмичев, С. Б. Сидоренко, О. Н. Бевза, "Импульсные магнетронные распылительные системы с электронно-вакуумными модуляторами", *Труды Украинского вакуумного общества*, Харьков, т. 3, с. 462 – 465, 1997.

Патенти

12. А. І. Кузьмичев, Ю. Г. Мельник, С. Б. Сидоренко, "Джерело для живлення підготовчого розряду магнетронної розпилювальної системи", Пат. України №40305 (UA) 7 C23C14/35, 16.07.2001.

Матеріали конференцій

13. I. V. Gusev, A. I. Kuzmichev, S. B. Sidorenko, "The structure and composition of the Al - O system condensates prepared by reactive ion plating", in *Conf. "Modification of Properties of Surface Layers of Non-Semiconducting Materials Using Particle Beams"*, Sumy, 1993, p. 31.
14. Г. Н. Гордиенко, И. В. Гусев, А. И. Кузьмичев, С. Б. Сидоренко, А. И. Ямборко "Характеристики конденсатов алюминия, осажденных в среде активированной кислорода", на 3-й Харьковской вакуумной конф. совместно с семинаром-совещанием "Системы откачки ускорителей и термоядерных реакторов", Харьков, 1993, с. 13.

15. А. И. Кузьмичев, С. Б. Сидоренко, "Схемотехнический анализ системы для подачи импульсного напряжения на подложку при осаждении покрытий", на *Международ. науч.-техн. конф. "Проблемы физической и биомедицинской электроники"*, Киев, 1995, с. 112-114.
16. И. В. Гусев, А. И. Кузьмичев, С. Б. Сидоренко, "Характеристики покрытия из оксидированного алюминия, полученных реакционным ионным осаждением", на *6-й Международ. симп. "Тонкие пленки в электронике"*, Херсон, 1995, т.1, с.46 – 49.
17. И. В. Гусев, А. И. Кузьмичев, В. И. Мельник, С. Б. Сидоренко "Электронно-ионные методы получения покрытий из оксидированного алюминия", *Proceeding First International Conference "New Leading-Edge Technologies in Mashine Building"*, Kharkov – Rybachie, 1995, p. 48.
18. А. I. Kuzmichov, S. B. Sidorenko, "The Use Of The Pulsed Treatment Regimes In Ion-Plasma Technology", *Book of Abstracts Second International Conference MPSL 96*, Sumy, 1996, p. 56.
19. А. И. Кузьмичев, С. Б. Сидоренко, О. Н. Бевза, "Магнетронные распылительные системы с импульсно-модулируемым питанием", *Proceeding First International Conference "New Leading-Edge Technologies in Mashine Building"*, Kharkov – Rybachie, 1996, p. 277.
20. С. Б. Сидоренко, М. В. Орел, "Схемотехническое моделирование каскадов лампово- полупроводникового модулятора для ионно-плазменных установок с помощью программы Pspice", *Сб. докл. Международ. научно-техн. конф. "Проблемы физической и биомедицинской электроники"*, Киев, 1996, с. 250 – 252.
21. А. I. Kuzmichev, O. N. Bevza, S. B. Sidorenko, "The magnetron sputtering system with pulse-modulated power supply", *Proc. Int. Conf. Plasma Physics and Plasma Technology*, Minsk, v. 4, pp. 718 – 720, 1997.
22. А. И Кузьмичев, В. Ю. Куликовский, С. Б. Сидоренко, "Динамические характеристики импульсной магнетронной распылительной системы.", *IX - ая конф. по физике газового разряда*, тез. докл., ч. 2, Рязань, 1998, с. 23 - 26.

23. А. И. Кузьмичев, В. Ю. Куликовский, С. Б. Сидоренко, "Динамические характеристики импульсной магнетронной распылительной системы", *матер. конф. "Вакуумная наука и техника"*. Гурзуф. 1998, с. 174 - 178.
24. A. I. Kuzmichev, V. Yu. Kulikovsky, S. B. Sidorenko, "Pulsed gas discharge magnetrons for sputtering. Peculiarities of their operation", *14th ISPC*, Prague, 1999, v.2, p.729 – 734.
25. A. I. Kuzmichev, S. B. Sidorenko, L. Yu. Tsybulsky, V. Yu. Kulikovsky, "Pulsed discharges in magnetic field for thin film deposition", *12th Symp. on Application of Plasma Processes*, Slovakia, Liptovsky Jan, 1999, Proc., pp. 188 – 189.
26. A. I. Kuzmichev, Yu. I. Melnik, S. B. Sidorenko, V. Yu. Kulikovsky, "Pulsed regimes of energy input to the gas discharge and the substrate for control of plasma treatment processes", *4-th Czech-Russian Seminar on Project Contact No 101 (98) "Electrophysical and Thermophysical processes in Low-Temperature Plasma"*, Czech Rep., Brno, 2000, proc. pp. 126-128.
27. С. Б. Сидоренко, О. М. Бевза, Я. С. Сидоренко, "Дослідження чинників впливу на одержання розвинутої поверхні конденсату Al–O", *V наук. конф. "Нанорозмірні системи: будова, властивості, технології (НАНСИС-2016)"*, м. Київ, 2016, с. 126.
28. О. М. Бевза, С. Б. Сидоренко, А. В. Мумладзе, "Осаждение двухкомпонентного состава, содержащего магнитный материал, при помощи магнетронной распылительной системы", *V наук. конф. "Нанорозмірні системи: будова, властивості, технології (НАНСИС-2016)"*, м. Київ, 2016, с. 154.
29. С. Б. Сидоренко, О. М. Бевза, Я. С. Сидоренко, "Технологія отримання розвинутої поверхні у вакуумному реакційному середовищі", *Матер. конф "Радіотехнічні поля, сигнали, апарати та системи"*, Київ, 2017, с. 247 – 249.

ЗМІСТ

ВСТУП.....	19
Розділ 1. ІМПУЛЬСНІ ІОННО–ПЛАЗМОВІ ТЕХНОЛОГІЧНІ СИСТЕМИ ДЛЯ НАНАЕСЕННЯ ПОКРИТТІВ З РОЗГАЛУЖЕНОЮ ПОВЕРХНЕЮ	29
1.1. Іонно-плазмові методи отримання покриттів.	29
1.2. Імпульсні методи нанесення покриттів в вакуумі.	46
1.3. Розряд в схрещених полях.....	51
1.4. Вплив імпульсного живлення на технологічний процес нанесення покриття при іонно-плазмовому осадженні	55
1.5. Методи отримання розгалуженою поверхні на анодній алюмінієвій фользі електролітичних конденсаторів.	58
1.6. Структура окисних шарів на алюмінієвій фользі, отриманих за традиційною технологією.....	61
1.7. Висновки до розділу 1.	65
Розділ 2. МЕТОДИКА ПРОВЕДЕННЯ ЕКСПЕРИМЕНТІВ ТА ІНШИХ ДОСЛІДЖЕНЬ.....	68
2.1. Методики та обладнання для дослідження характеристик імпульсного магнетронного розряду	68
2.2. Методики та обладнання для нанесення покриттів при термоіонному осадженні з імпульсним індукційним збудження розряду.....	69
2.3. Методики дослідження покриттів з розгалуженою поверхнею, отриманих в розряді зі схрещеними полями.....	70
Розділ 3. ДОСЛІДЖЕННЯ РОЗРЯДУ В ІМПУЛЬСНИХ МАГНЕТРОННИХ РОЗПИЛЮВАЛЬНИХ СИСТЕМИ	73
3.1. Аналіз типів та моделювання технологічних імпульсних модулаторів.....	73
3.1.1. Характеристики технологічних імпульсних модулаторів.	73
3.1.2. Електронно-вакуумні модулатори.....	77

3.1.3. Моделювання електронно-вакуумних елементів та технологічних імпульсних модуляторів на їх основі.	81
3.1.4. Модель магнетронного газорозрядного навантаження для програм схемотехнічного моделювання.	89
3.2. Технологічні модулятори для створення імпульсних розрядів в схрещених полях з електронно-променевими комутуючими елементами.	92
3.2.1. Схемотехнічна модель технологічного імпульсного модулятора з використанням електронно-променевих комутуючих елементів.	93
3.2.2. Моделювання потужних технологічних пристроїв з використанням розробленої бібліотеки комутуючих елементів.	96
3.3. Характеристики розряду імпульсних МРС	102
3.3.1. Імпульсні модулятори для дослідження імпульсного магнетронного розряду.....	102
3.3.2. Коливні процеси слабострумного розряду в схрещених полях розпилювальної системи.	108
3.3.3. Дослідження динаміки розвитку імпульсного розряду в магнетронних розпилювальних системах.....	113
3.4. Висновки до розділу 3	136
Розділ 4. ІМПУЛЬСНА індукційна СИСТЕМА ДЛЯ ТЕРМО-ІОННОГО ОСАДЖЕННЯ ПОКРИТТІВ З ЕЛЕКТРОННО-ПРОМЕНЕВИМ ВИПАРОВУВАЧЕМ	139
4.1. Взаємодія заряджених частинок з електромагнітним полем індуктора.....	139
4.2. Вплив підвищення частоти напруги живлення індуктору на збільшення напруженості поля навколо його витків	147
4.3. Індукторна система – система з гібридним типом збудження розряду.....	148
4.4. Висновки до розділу 4	153

Розділ 5. ІМПУЛЬСНА СИСТЕМА ЗБУДЖЕННЯ розряду в схрещених полях при ТЕРМО-ІОННОМУ ОСАДЖЕННЯ ПОКРИТТІВ З Розгалуженою поверхнею	154
5.1. Експериментальна установка імпульсного термоіонного осадження плівок з розгалуженою поверхнею.....	154
5.2. Технології дослідження структур тонких плівок, що утворились при реакційному термоіонному осадженні алюмінію в середовищі кисню на алюмінієву конденсаторну фольгу.	156
5.3. Характеристики покриттів з розгалуженою поверхнею, які отримані реакційним іонним осадженням.	167
5.4. Дослідження впливу методу напилення і матеріалу покриття на параметри анодної конденсаторної фольги.	172
5.5. Висновки до розділу 5.	180
ВИСНОВОК ПО РОБОТІ.....	182
Перелік використаних джерел	187
Додатки.....	202

ПЕРЕЛІК УМОВНИХ ПОЗНАЧЕНЬ, СИМВОЛІВ І СКОРОЧЕНЬ

ВЧ – високочастотний
 ТІО – термо-іонне осадження
 ТІМ – технологічний імпульсний модулятор
 ІМ – імпульсний модулятор
 КЕ – комутуючий елемент
 ЕПВ – електронно-променеві вентилі
 МРС – магнетронна розпилювальна система
 Е×Н розряд – розряд в схрещених полях
 СК – система керування
 АКФ – анодна конденсаторна фольга
 u_c – імпульсна напруга керування
 u_m – імпульсна напруга магнетрона
 i_m – струм розряду магнетрона
 i_1 – струм колектор 1 (підкладки)
 u_1 – напруга колектора 1
 t_d – час затримки виникнення імпульсного розряду
 t_f – час формування імпульсного магнетронного розряду
 Δt_d – параметр, що характеризує періодичну нестабільність t_d
 u_g – напруге керуючого імпульсу на керуючій сітці
 $u_{c,max}$ – амплітуди імпульсу керування
 t_r – час перезапуску (відновлення) підготовчого розряду
 u_{II} – напруга зміщення на підкладці
 C_{III}, R_{III} та X_{III} – ємність, опір та імпеданс шару
 X_I – імпеданс індуктору
 λ_x – довжиною хвилі
 E_0 – амплітуда;
 f – частота поля, що задається генератором;
 ω_{II} – кругова частота поля
 ν – частоти зіткнень електрона
 m_e, m_m – маса електрона та молекули
 v_e, v_m – швидкість електрона та молекули
 V_n – швидкість напрямленого руху
 V_m – швидкість теплового (хаотичного) руху
 V_M – амплітуда зовнішньої напруги

ВСТУП

Актуальність теми дисертаційної роботи

Покриття з розгалуженою (розвинутою) поверхнею мають різноманітні сфери застосування. Такі покриття використовуються для поглинання світла, теплового випромінювання, певної довжини хвилі електромагнітного випромінювання, газів та рідин певного хімічного складу, використовуються в конденсаторах, гетерах, сенсорах, каталізаторах. Унікальні властивості покриттів з розгалуженою поверхнею роблять їх перспективними для застосування.

Залежно від призначення покриття з розвинутою поверхнею отримують різними способами: механічним, хімічним, електрохімічним, нанесенням порошків, обробкою плазмоструйним методом, осадженням в вакуумному середовищі реакційного газу. Останній спосіб має такі переваги:

- чисте середовище з чистими матеріалами, що не дає додаткових центрів корозії і руйнування;
- дрібнодисперсність;
- більш широкий вибір матеріалів для осадження (включаючи важко сумісні);
- прецизійність отримання технологічних параметрів (товщина покриття, рівномірність, склад, повторюваність, морфологія поверхні);
- екологічність.

Спосіб осадження в середовищі реакційного газу для збільшення питомої площі поверхні характеризується низкою труднощів. Наприклад, порошкові покриття у вигляді дисперсних частинок отриманих у газовому реактивному середовищі, мають погану адгезію та обсипаються.

Для збільшення адгезії доцільно застосовувати іонно-плазмове осадження [1, 2, 3, 4] з іонним асистуванням (бомбардуванням). Раніше його застосовували тільки для суцільних, щільних покриттів у мікроелектроніці, для зміцнення інструментів, тощо. Проте особливості отримання покриттів з розгалуженою поверхнею методом імпульсного іонно-плазмового осадження в середовищі реакційного газу вивчено

недостатньо [5, 6, 7, 8]. Тому актуальним напрямком є дослідження та вивчення іонно-плазмового осадження з використання імпульсних режимів, а саме:

- дослідження імпульсного розряду, в якому цей процес відбувається;
- дослідження процесів при отриманні покриттів та їх характеристики.

Важливою характерною особливістю процесу нанесення покриття методом іонно-плазмового осадження під час розпилення або випаровування та іонізації речовин є подача напруги зміщення на підкладку при осадженні. Під час згаданих процесів зі зміщенням виникає можливість дугоутворення та, відповідно, аварійних ситуацій, що спричиняють збої в технологічному процесі та позначаються на якості покриття. Дугоутворення також впливає на відтворюваність параметрів покриття. Способом запобігання дугоутворенню є перехід до імпульсних режимів.

Окрім запобігання дугоутворенню, застосування імпульсного режиму дозволяє можливість підвищити миттєву потужність іонного впливу при збереженні середнього теплового рівня впливу [9, 10, 11, 12].

Імпульсні іонно-плазмові технології потребують розробки спеціального обладнання, технологічних імпульсних модуляторів (ТІМ), які будуть забезпечувати стійку роботу, керувати режимами плазмового навантаження, і відповідно керовано впливати на структуру та властивості покриттів.

Для ефективного запалювання та підтримання розряду доцільно використовувати схрещені $E \times H$ поля [17, 18], а найбільш перспективними системами з полями такого типу для отримання покриттів, що розглядаються, є імпульсна магнетронна розпилювальна система (МРС) та система електронно-променевого випаровування з імпульсним індукційним збудженням розряду.

Таким чином, актуальним є дослідження розряду в схрещених $E \times H$ полях в імпульсній формі (його особливостей, розвитку, існування та зникнення) [13, 14, 12, 15, 16], як для розробки ТІМ, так і для визначення можливостей керування властивостями покриттів та впливу на їх відтворюваність.

Оскільки імпульсний режим розряду потрібен для отримання складних за вмістом та структурою покриттів, доцільно використовувати комплексний підхід, який полягає в дослідженні властивостей імпульсного розряду та впливу його

параметрів на характеристики покриттів, а також створення апаратури, що забезпечує оптимальну форму імпульсного розряду.

Зв'язок роботи з науковими програмами, планами, темами.

Дисертаційна робота виконана відповідно до напрямків науково-дослідницької роботи кафедри Електронних приладів та пристроїв КПП ім. Ігоря Сікорського. Робота пов'язана з науково-дослідними темами:

- на підставі угоди між Урядом України і Урядом Республіки Білорусь про науково-технічне співробітництво від 17.02.1992 р., протоколу міжурядової білорусько-української комісії зі співробітництва в галузі науки і технології від 19-20.06.2003 р. та наказу МОН України № 600 “Про фінансування українсько-білоруських проектів в 2003 році”: теми “Розробка потужних імпульсних систем розпилення матеріалів на основі магнетронних і дугових систем і прив'язка їх до технологічних процесів з метою одержання нових тонко- і товстошарових покриттів” (ДР № 0103U002207) і “Розробка імпульсних систем і отримання товстошарових покриттів” (ДР № 0103U002208);

- НДР “Розробка та дослідження імпульсного іонно-плазмового методу отримання тонких плівок та покриттів складного вмісту” (ДР № 0195U002865, термін виконання 1995-1996 рр.). “Фізико-топологічне математичне моделювання джерел заряджених та нейтральних частинок” (ДР № 0115U006750 термін виконання 2015-2018 рр.); “Дослідження електродинамічних ефектів у пристроях вакуумної та плазмової електроніки технологічного призначення (ДР № 0119U103973, термін виконання 2019–2021 рр.).

Мета і задачі дослідження

Метою роботи є визначення умов отримання покриттів з розгалуженою поверхнею при використанні імпульсного розряду в схрещених полях, визначення параметрів імпульсного розряду в схрещених полях, що впливають на структуру та характеристики покриття, та розробка електричних імпульсних модуляторів для пристроїв іонно-плазмового осадження покриттів з розгалуженою поверхнею.

Зазначена мета досягається шляхом розв'язання таких наукових задач:

1. Проведення аналізу методів отримання розгалужених поверхонь та вивчення можливостей використання іонно-плазмового осадження з імпульсним розрядом в схрещених полях для нанесення покриттів з розгалуженою поверхнею.
2. Дослідження та аналіз розвитку імпульсного розряду в схрещених полях при осадженні покриттів з розгалуженою поверхнею.
3. Дослідження впливу імпульсного розряду в схрещених полях на структуру та морфологію плівок з розгалуженою поверхнею.
4. Дослідження впливу концентрації O_2 при іонно-плазмовому осадженні Al в умовах імпульсного збудження розряду на структуру осадженого покриття та зміну його питомої ємності.
5. Створення технологічних імпульсних модуляторів та бібліотеки моделей потужних електронно-вакуумних комутуючих елементів для їх проектування; модулятори призначені для живлення магнетронної розпилювальної системи під час імпульсного іонно-плазмового осадження покриттів з розгалуженою поверхнею.

Об'єкт дослідження

- Іонно-плазмовий метод отримання покриттів з розгалуженою поверхнею та їх характеристики.

Предмет дослідження

- Умови отримання покриттів з розгалуженою поверхнею.
- Імпульсні $E \times H$ розряди в постійному магнітному полі та електромагнітному полі індуктора.
- Обладнання для імпульсного іонно-плазмового осадження.
- Принципи побудови імпульсних модуляторів для живлення пристроїв отримання розгалуженою поверхні.

Методи дослідження

У процесі дослідження було використано відомі та апробовані методи експериментальної фізики:

- електронно-променева мікроскопія, рентгенівський дифракційний аналіз, маспектрометричний аналіз.
- електро-хімічний метод визначення питомої площі поверхні конденсаторної фольги;
- дослідження електричних характеристик розряду;
- методи осцилографічних вимірів;
- стандартизовані методи визначення тиску робочого газу за допомогою манометрично-іонізаційних перетворювачів;
- експериментальні дослідження імпульсних джерел живлення та тонкоплівкових покриттів;
- фізико-математичне моделювання процесів.

Наукова новизна отриманих результатів

У дисертації вперше одержані такі нові наукові результати:

1. Виявлено екстремальний характер залежності питомої площі розгалуженої поверхні конденсату Al-O від відношення тиску O_2 до швидкості осадження (P_{O_2}/V_k) в імпульсних реакційних процесах осадження алюмінію в середовищі кисню термоіонним випаровування і магнетронним розпиленням; питома площа поверхні визначалась через величину питомої ємності конденсату, при цьому екстремальне значення ємності покриття конденсату Al-O сягало 150 мкФ/см^2 , що відповідало $2,1 \text{ Па} \cdot \text{хв/мкм}$, за умов, що питома ємність гладкої алюмінієвої поверхні становила $0,6 \text{ мкФ/см}^2$.
2. Виявлено, що за умов використання імпульсного реакційного термоіонного осадження алюмінію в середовищі кисню, відбувається зміна морфології поверхні плівок конденсату Al-O від відносно великих кристалітів до глобулярної структури з мікро- та нанoeлементами в залежності від зміни параметру P_{O_2}/V_k в межах $3,3 \cdot 10^{-2} - 4,5 \cdot 10^{-1} \text{ Па} \cdot \text{хв./мкм}$; крупноглобулярні структури діаметром до

~ 2 мкм з вмістом кисню в конденсаті Al-O 54,7 ат.% відповідали конденсатам з максимальною питомою ємністю.

3. Виявлено, що сильноточний імпульсний магнетронний розряд у суміші газів аргону та кисню з середньою щільністю струму в імпульсі ~ 200 мА/см² встановлюється через стадію імпульсного високовольтного слабострумного розряду протяжністю ~ 30 мкс або на фоні слабострумного розряду постійного струму з середньою щільністю струмом 0,4÷1 мА/см², при якому створюються біля катоду шар просторового позитивного заряду з ефективною пасткою для катодних електронів у схрещених полях
4. Виявлено виникненням коливних процесів у слабострумному магнетронному розряді з періодом коливань у межах ~ 20 - 80 мкс при амплітудах пічків струму ~ 0,3 – 1,6 А та напрузі ~ 500 – 650 В для мішені площею ~ 200 см²; значення періодів та амплітуд пов'язані з величинами баластного опору та паразитних ємностей ланцюга живлення магнетронної розпилювальної системи.
5. Показано, що ВЧ-індуктор на частотах ~ 880 кГц збуджує в середовищі пару Al плазмовий розряд гібридного типу з рисами Е та Н розрядів, в якому циркулярний струм індуктора збуджує розряд у вихровому електричному полі (Н типу), а різниця потенціалів між витками індуктора – розряд з холодним катодом в схрещених полях з потенціальним електричним полем (тобто Е типу), при цьому існування високих напруг між витками може спричиняти дугоутворення на них під час технологічного процесу, але за умов використання імпульсного живлення розряду відбувається їх подавлення.
6. Побудова технологічних імпульсних модуляторів для живлення розряду в реакційному газовому середовищі на комутуючих елементах електронно-променевого типу забезпечує ефективне керування властивостями й структурою покриттів і автоматично обмежує струм заданою величиною в газорозрядному пристрої осадження, що призводить до придушення дуг та захищає обладнання при коротких замиканнях в плазмовому навантаженні.

Практичне значення отриманих результатів

1. Практично продемонстровано вплив імпульсного магнетронного розряду на процес формування покриттів через керування амплітудою та скважністю імпульсів, які подавались з імпульсного модулятора на магнетрон при осадженні покриття, за допомогою зміни теплового режиму падаючого іонного потоку, що в свою чергу дозволяє керувати властивостями покриттів.
2. Досліджено та встановлено, що при термоіонному імпульсному реакційному осадженні Al у вакуумі в середовищі кисню покриття конденсату Al-O мають різну морфологію, яка змінюється залежно від значень параметру P_{O_2}/V_k , від кристалітів до дрібно-глобулярних структур, що мають різні фізико-хімічні властивості та можливий широкий спектр використання.
3. Визначено, що залежність питомої ємності конденсату Al-O від параметру P_{O_2}/V_k має екстремальний характер, а максимальне значення ємності конденсату припадає на $0,1 \text{ Па} \cdot \text{хв}/\text{мкм}$. Це вказує на можливість вибору оптимальних параметрів процесу осадження покриття з розгалуженою поверхнею.
4. Отримано збільшення питомої ємності поверхні при осадженні конденсату Al-O на алюмінієву конденсаторну фольгу з $0,6 \text{ мкФ}/\text{см}^2$ (гладка поверхня) до близько $150 \text{ мкФ}/\text{см}^2$.
5. Результати, отримані при розробці та дослідженні технології нанесення конденсату Al-O на анодну конденсаторну фольгу, були використані в НДІ "Уконд" ВО "Катіон" (м. Хмельницький) для створення дослідної технології, при якій ємність серійних травлених фольг перевищувалась на 25- 80 % для робочих напруг 10 – 30 В.
6. Створено імпульсні модулятори, що можуть використовуватися як для живлення МРС, так і для подачі імпульсного зміщення на підкладку при термоіонному осадженні. Схемні рішення цих приладів можуть використовуватись для подальшого розвитку імпульсної техніки технологічного спрямування.
7. Робота МРС в імпульсному режимі дозволила дослідити імпульсний магнетронний розряд та створити часові діаграми, що дозволяє виявити

оптимальні критерії з подальшою оптимізацією імпульсних модуляторів та режимів проведення технологічних процесів.

8. Розроблено бібліотеку моделей комутуючих елементів електронно-променевого типу для технологічних імпульсних модуляторів. Її можна використовувати в сучасних схемотехнічних програмах, а також створювати за аналогією моделі нових комутуючих елементів на основі вольт-амперних характеристик.

Результати досліджень були використані в науково-дослідних та конструкторських роботах на підприємстві НДІ "Уконд" ВО "Катіон" (м. Хмельницький) і ДП "Науково-виробничий центр енергозберігаючих конструкцій і технологій "Технолуч" ІЕЗ ім. Є.О. Патона НАН України", а також впроваджені в навчальний процес кафедри електронних приладів та систем КПІ ім. Ігоря Сікорського.

Особистий внесок здобувача.

У списку опублікованих у спеціальних фахових виданнях праць за темою дисертаційної роботи викладено основні наукові результати. Вони були отримані особисто автором або при його безпосередній участі. Публікації [19, 20, 16, 21] написані здобувачем самостійно. У [22] здобувачем проведено моделювання комутуючого елементу та схеми джерела живлення. Здобувач брав участь в створенні та дослідженні джерела живлення. В [13, 14, 12, 23, 10] здобувач брав участь у розробці імпульсного модулятора для магнетронної розпилювальної системи, проводив осцилографічні дослідження та брав участь в аналізі результатів; у [24] – моделював електронно-вакуумні модулятори та брав участь в їх створенні та дослідженні; у [25] – розробив моделі електронно-вакуумних комутаторів та на їх основі моделював імпульсні модулятори; у [15, 5, 6, 7, 8, 26] – брав участь в обговоренні технології отримання конденсатів з розгалуженою поверхнею, готував зразки, досліджував та обговорював результати; у [27, 28, 29, 30, 11] – брав участь в створенні магнетронно-імпульсної системи, осцилографуванні її характеристик, знятті зондових характеристик та аналізі результатів; у [31] – брав участь в

обговоренні конструкції та аналізі результатів; у [32] – брав участь в виготовленні пристрою та аналізі результатів; у [9, 33] – провів аналіз імпульсних режимів для іонно-плазмових технологій.

Апробація результатів дисертації.

Основні положення роботи викладено та обговорено на 16 науково-технічних конференціях різного рівня:

- International Conference "Modification of Properties of Surface Layers of Non-Semiconducting Materials Using Particle Beams" (Sumy, 1993, 1996);
- Харківська Вакуумна конференція сумісно з семінаром-нарадою "Системы откачки ускорителей и термоядерных реакторов" (м. Харків, 1993 р.);
- Міжнародна науково-технічна конференція "Проблемы физической и биомедицинской электроники" (Київ, 1995);
- 6 Міжнародний симпозіум "Тонкие пленки в электронике" (м. Херсон, 1995 р.);
- First International Conference «New Leading-Edge Technologies in Machine Building» (Kharkov – Rybachie, 1995, 1996 pp.);
- Міжнародна науково-технічна конференція "Проблеми фізичної та біомедичної електроніки" (м. Київ, 1996 р.);
- International Conference «Plasma Physics and Plasma Technology» (Minsk, 1997 р.);
- IX конференція з фізики газового розряду (м. Рязань, 1998 р.);
- конференція "Вакуумная наука и техника" (м. Гурзуф, 1998 р.);
- 14th International Symposium on Plasma Chemistry (Prague, 1999 р.);
- 12th Symposium on Application of Plasma Processes (Slovakia, Liptovsky, 1999 р.);
- 4 Czech-Russian Seminar on Project Contact (Czech Republic, Brno, 2000 р.);
- V наукова конференція "Нанорозмірні системи: будова, властивості, технології" (НАНСИС-2016) (м. Київ, 2016 р.).
- II міжнародна науково-технічна конференція "Smart-технології в енергетиці та електроніці (STEE)" (сmt. Лазурне, Скадовський р., Херсонська обл., Україна, 2017 р.)

- Міжнародна науково-технічна конференція "Радіотехнічні поля, сигнали, апарати та системи" (м. Київ, 2017 р.).

Публікації

За результатами досліджень опубліковано 29 наукових праць, у тому числі 10 статей у наукових фахових виданнях (з них 1 стаття у виданні іноземної держави, що входять до Європейського Союзу, 2 – у виданнях України, які включені до міжнародних наукометричних баз), 1 патент на корисну модель, 17 тез доповідей в збірниках матеріалів конференцій.

Брав участь у 4 науково-дослідних роботах.

Структура й обсяг дисертації.

Дисертаційна робота викладена на 226 сторінках машинописного тексту, складається зі вступу, 5 розділів, загальних висновків, 148 переліків посилань на літературні джерела та 6 додатків. Обсяг основного тексту дисертації складає 186 сторінок друкованого тексту. Робота ілюстрована 62 рисунками та містить 11 таблиць.

РОЗДІЛ 1. ІМПУЛЬСНІ ІОННО–ПЛАЗМОВІ ТЕХНОЛОГІЧНІ СИСТЕМИ ДЛЯ НАНАЕСЕННЯ ПОКРИТТІВ З РОЗГАЛУЖЕНОЮ ПОВЕРХНЕЮ

1.1. Іонно-плазмові методи отримання покриттів.

Для виробництва різноманітної продукції широко використовується нанесення тонких плівок та покриттів в вакуумному середовищі [34, 35, 36, 37, 38, 39, 40, 41, 42, 43]. Ці покриття можна отримувати різноманітними способами, такими як резистивне [44, 38], електронно-променева [44, 38], лазерне [45, 46, 47, 48, 49], кластерне випаровування [50], потоки розпиленої речовини [38, 51, 52], при цьому атоми речовини можуть бути, як в нейтральному стані, так і в іонізованому, з різним відношенням нейтральних атомів до іонізованих. Іонізовані потоки можуть прискорюватись в напрямку до об'єкту, на який проводиться конденсація. Системи, в яких використовуються такі потоки, називаються термоіонними (ТІО) [4, 2, 3, 1, 53]. Тобто в термоіонній системі відбувається створення потоку речовини, його іонізація та прискорення іонів до об'єкту осадження пару.

Починаючи з 70-х років широке розповсюдження отримали електронно-променеві випарники (ЕПВ), в котрих нагрів речовини, яка випаровується, відбувається за рахунок кінетичної енергії електронів, які бомбардують поверхню випаровування. Практично точкове фокусування електронного променя дозволяє отримати велику питому потужність (до $5 \cdot 10^8$ Вт/см²) та дуже високу температуру, що забезпечує можливість використання будь-яких, навіть самих тугоплавких матеріалів з достатньо високою швидкістю їх випаровування [38].

При безтигельному або автотигельному випаровуванні ЕПВ дозволяє отримати високу чистоту осадженої плівки. Швидке переміщення нагрітої зони при відхиленні потоку електронів і разом з тим легке регулювання та контроль потужності нагріву та швидкості випаровування також відносяться до переваг ЕПВ. Проте малий строк служби випарників, значні зміни в їх молекулярно-кінетичних характеристиках по мірі випаровування матеріалу, який осаджується, та труднощі його безперервної та

дозованої подачі, необхідність використання складних пристроїв в середині камери з планарним обертанням підкладкоутримувача для вирівнювання рівномірності плівки за товщиною не дозволяє використовувати ЕПВ в установках та лініях безперервної дії [54].

При термічному випаровуванні, включаючи і випаровування електронним пучком, досягається висока щільність пару, але при цьому не досягаються швидкості атомів пару, які одержуються катодним розпиленням, в якого щільність пару мала. При лазерному випаровуванні досягаються більш високі температури, як при термічному осадженні та, відповідно, більші щільності пару та середні швидкості його атомів, які ведуть до високих швидкостей осадження (до 10^6 нм/с в імпульсному режимі) та до відмінностей в фізиці процесів, які протікають при осадженні плівок.

В мікроелектроніці, оптиці, металургії, хімії, машинобудуванні та інших галузях промисловості широко використовуються технологічні процеси та методи обробки, які застосовують низькотемпературну плазму. На Рис. 1.1 зображені основні методи нанесення плівок з використанням низькотемпературної плазми [55].

З допомогою методів вакуумної плазмової технології можуть бути успішно вирішені наступні найбільш актуальні задачі сучасної технології [56]:

1. Отримання надчистих шарів матеріалів, які мають спеціальні властивості та виконують активні функції (пасивні та активні елементи інтегральних схем, магнітні, оптичні, емісійні, надпровідні, конвертуючі, з розгалуженою поверхнею, теплопоглинаючі та інші шари).

2. Отримання плівкових монокристалічних структур.

3. Захист елементів конструкції шарами з спеціальними властивостями, які забезпечують подовжений термін служби виробів в умовах високих температур, агресивного середовища, високих швидкостей газових потоків та високих навантажень (різноманітні покриття).

4. Зміна структурно-енергетичного складу поверхні матеріалів методами дифузійного насичення відповідними елементами (отримання зміцнюючих покриттів).

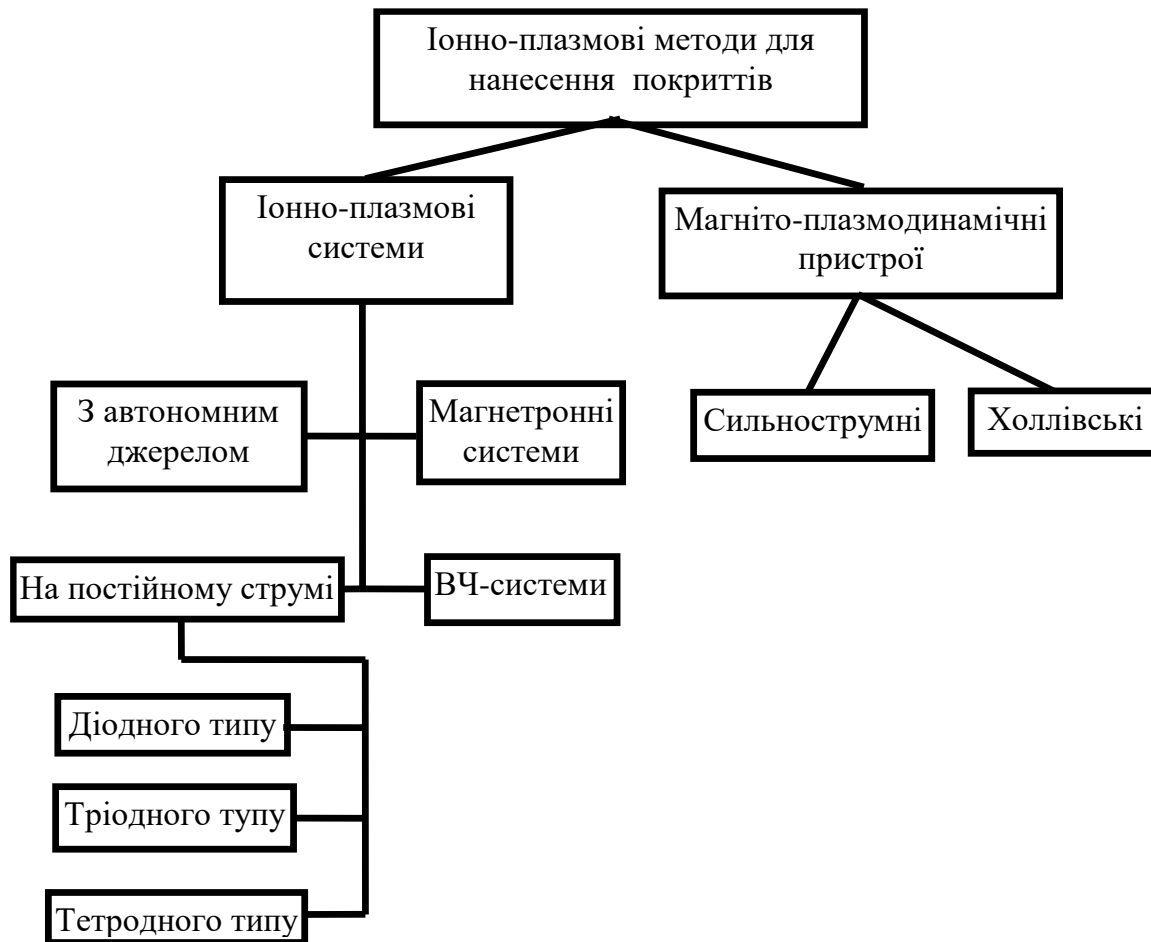


Рис. 1.1. Основні методи нанесення плівок з використанням низькотемпературної плазми

5. Отримання композитних матеріалів у вигляді багатошарових структур, які мають високі механічні та експлуатаційні властивості.

6. Очистка поверхні матеріалів від забруднень, видалення шарів (фоторезистивних масок).

Одним із методів іонно-плазмової технології являється отримання тонких плівок шляхом розпилення матеріалів іонним бомбардуванням. Розпилення являється низькотемпературним процесом і може використовуватись для отримання тонких плівок, сплавів, напівпровідників та їх сполучень, а при використанні ВЧ-напруги або ж реактивного середовища – для отримання діелектричних плівок. Умови отримання чистих плівок для всіх видів розпилювальних систем (РС) однакові – це поєднання відносно високих швидкостей осадження з низьким тиском реактивних газів в місці конденсації плівки, що частіше всього досягається безперервною “промивкою” робочого об’єму РС потоком чистого інертного газу. Для очистки

плівки від газових включень в ряді випадків у процесі осадження її піддають бомбардуванню високоенергетичними частинками, при цьому на утримувач підкладок подається негативна напруга зміщення від 30 до 200 В.

Існуючі РС можна розділити на дві основні групи [38, 17, 52]:

1. Іонно-плазмові, де мішень знаходиться в газорозрядній плазмі, яка створюється з допомогою тліючого, дугового чи ВЧ-розряду, а розпилення проходить завдяки бомбардуванню мішені іонами, які вилучаються з плазми;

2. З автономними іонними джерелами без фокусування та з фокусуванням іонних пучків.

Спочатку популярними були діодні розпилювальні на постійному струмі та ВЧ-системи. Обмеження в використанні цих процесів полягає, головним чином, в низьких швидкостях осадження ($0,2 - 2$ нм/с), високому робочому тиску ($1 - 10$ Па) та великих напругах ($1 - 5$ кВ), які подавались на пристрій, що знижувало продуктивність процесу та перешкоджало отриманню плівок з мінімальним рівнем забруднень та радіаційних дефектів. Положення корінним чином змінилось після появи магнетронних розпилювальних систем (МРС) – діодних систем, в яких використовуються схрещені поля в поєднанні з формою мішені, створюючи таку конфігурацію пасток для електронів, при якій струми дрейфу електронів замикаються самі на себе [52, 57, 58, 59, 34, 60]. В результаті чого в МРС співпадають три максимуми: функції розподілу електронів по енергіям, число актів іонізації, які створює один електрон на одиницю шляху свого направленого руху, та число електронів, які вибиває один іон з мішені. Це забезпечує високий ступінь іонізації газу, при цьому плазма локалізується над поверхнею мішені, що розпилюється. Із-за різкого збільшення степеню іонізації плазми зростає щільність іонного струму (приблизно в 100 разів в порівнянні з діодними розпилювальними системами без магнітного поля), що призводить до значного ($50 - 100$ разів) збільшення швидкості розпилення матеріалу мішені.

Типові значення параметрів МРС зі збудженням на постійному струмі відображені в Таблиця 1.1 [61].

Таблиця 1.1

Типові значення параметрів МРС зі збудженням на постійному струмі

Щільність плазми, см^{-3}	$10^{10}-10^{14}$
Енергія, еВ:	
первинних електронів	2–20
вторинних	400–800
іонів	0,2–2
відбитих від мішені атомів робочого газу	50–150
розпиленних атомів мішені	20–100
Гіромагнітний радіус, мм:	
електрона	1–3
іона	5–50
Ширина темного катодного простору, мм	3
Тиск робочого газу, Па	0,3–1,5
Струм розряду, А	0,25–100
Напруга розряду, В	400–800
Щільність іонного струму, А/см^2	0,1–0,2
Магнітна індукція, Тл	0,01–0,05
Діаметр мішені, м	0,005–0,5
Матеріал мішені:	Метали, сплави, сполуки
Швидкість розпилення, мкм/хв:	
для матеріалів з малим коефіцієнтом розпилення (W, Mo та ін.)	0,1–0,5
для матеріалів з великим коефіцієнтом розпилення (Al, Au, Pt, Cu)	1,0–1,5
Енергетична ефективність по Cu, кг/Дж	$(3-4) \cdot 10^{-9}$

Основними перевагами МРС являються:

універсальність процесу, яка дозволяє отримувати плівки металів, сплавів, напівпровідників та діелектриків;

висока швидкість осадження (до декількох мкм/хв) і можливість її регулювання в широких межах;

збереження відношення основних компонентів при розпиленні речовин складного вмісту;

висока чистота плівок;

висока адгезія плівок до підкладки;

можливість змін структури й властивостей плівок за рахунок потенціалу зміщення на підкладці, тиску та складу газового середовища, одночасного розпилення декількох мішеней та інших способів;

низька пористість плівок навіть при малих товщинах;

більш низький в порівнянні з звичайною діодною РС радіаційний та тепловий вплив на оброблювану структуру;

можливість проведення процесу в реактивному середовищі розрідженого газу, що дозволяє отримувати плівки нітридів, карбідів, оксидів та інших сполук;

властивість ряду матеріалів при високих щільностях струму на мішені до саморозпилювання;

більш висока енергетична ефективність процесу в порівнянні зі звичайними розпилювальними системами діодного та тріодного типу;

здатність процесу до формалізації, тобто можливість складення (на основі аналітичних залежностей технологічних параметрів отримуваних структур від операційних параметрів процесу) математичного опису (алгоритму) процесу та наступного керування їм за допомогою ЕОМ або мікропроцесором;

можливість створення ліній безперервної дії, так як мішені мають достатньо великим запасом розпилюваного матеріалу, а використання кількісних співвідношень між різними параметрами процесу дозволяє автоматично керувати режимами садження тонких плівок.

До недоліків МРС відносяться:

порівняно невисокий коефіцієнт використання матеріалу мішені (близько 25% для плоскої мішені) і необхідність для його збільшення, при цьому ускладнюються форма мішені та конструкція магнітної системи;

порівняно невисока нерівномірність плівок, які осаджуються, по товщині за рахунок розпилення матеріалу з вузької зони ерозії, яка має форму кільця або еліпса в вигляді V-подібної канавки. Поглиблення цієї канавки по мірі розпилення мішені зменшує просторовий кут розпилення, в наслідок чого зменшується рівномірність плівки по товщині. Підвищення рівномірності плівки потребує планетарного або зворотно-поступального переміщення підкладок, що значно ускладнює конструкцію пристрою в середині камери;

поява сильнострумних дуг на поверхні мішені або між мішенню (катодом) і анодом внаслідок структурних нерівномірностей, а також наявності оксидних плівок та забруднень на поверхні мішені, що викликає нестабільність процесу осадження та погіршує якість плівок, що формуються. Для усунення дуг необхідна висока якість матеріалу мішені, її попереднє тренування. Крім того система енергопостачання повинна бути стійка до сильних перевантажень, які можуть викликати дуги;

наявність потоку високоенергетичних електронів, які створюють основне температурне навантаження на підкладку (до 60%); Це потребує ізоляції підкладкоутримувача від корпусу установки, а також використання допоміжної діафрагми (анода), який дозволяє обмежити попадання на підкладку високоенергетичних електронів;

наявність потоку відбитих нейтралізованих іонів Ag енергією до 160 еВ, які потребують їх термалізації, коли осадження плівок виконується на тонкі ізолюючі шари;

порівняно високий тиск робочого газу (0,3 - 1,5 Па), який потребує його ефективної очистки для усунення забруднень плівок сторонніми газовими включеннями [54, 62].

До недоліків розпилювальних систем на постійному струмі можна також віднести непридатність розпилення діелектриків. Проста заміна металевої мішені діелектриком в звичайній розпилювальній системі неможлива в зв'язку з утворення

поверхневого заряду з позитивних іонів на передній поверхні діелектрика. Цей заряд буде перешкоджати подальшому іонному бомбардуванню діелектрика. Утворення позитивного заряду діелектрика можна запобігти декількома шляхами, наприклад, бомбардуванням діелектрика одночасно іонним та електронним пучками, або даючи можливість стікати заряду по поверхні мішені при її малих розмірах чи прямо через діелектрик при достатньо високих температурах, або ж розташовуючи металеву сітку на поверхні мішені чи поблизу її. Хоча ці способи можуть бути застосовані в тій чи іншій мірі для травлення поверхонь діелектрика іонним бомбардуванням, однак в випадку нанесення діелектричних плівок вони не підходять через проблеми, які виникають в зв'язку з неоднорідністю товщини та високим рівнем забруднень отримуваних плівок [42].

Використання високочастотного розпилення значно розширило можливості тонкоплівочної технології. Воно дозволяє отримувати високоякісні плівки не тільки металів, сплавів та напівпровідників, а також плівки діелектриків шляхом розпилення мішеней з діелектричних матеріалів. ВЧ-розпилення діелектричної мішені відбувається завдяки виникненню на ній негативного (відносно плазми) зміщення [54].

ВЧ-MPC мають такі переваги:

універсальність, яка дозволяє отримувати плівки практично всіх матеріалів (метали, сплави, оксиди, нітриди, діелектрики, магнітні матеріали та ін.);

низький енергетичний вплив електронів, відбитих атомів аргону та негативних іонів на підкладку, оскільки остання винесена за межі плазмової зони;

висока якість плівок (структура, склад, морфологія, рівномірність по товщині);

велика площа, на якій можна отримувати рівномірну по товщині плівку.

До недоліків ВЧ-MPC можна віднести:

зниження швидкості розпилення мішені, що призводить до зниження швидкості напilenня плівки;

зменшується можливість контролю параметрів розпилення, при порівнянні з розпиленням на постійному струмі;

ВЧ-джерела живлення більш дорогі, складні в виготовленні та експлуатації.

Якщо осадження тонких плівок та покриттів відбувається з плазми парів речовин твердої фази в вакуумі, то таке осадження називається термоіонним. Структурна схема ТІО зображена на Рис. 1.2.

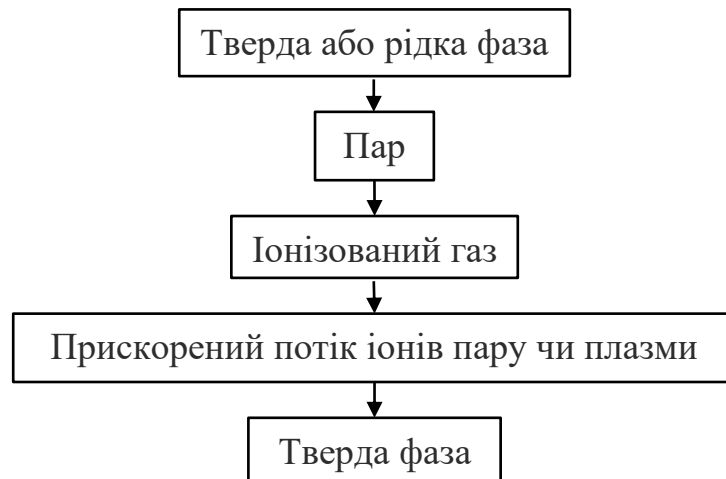


Рис. 1.2. Структурна схема термоіонного осадження

Основні параметри термоіонного пристрою визначаються вимогами до властивостей плівки, яку наносять, матеріалу, товщини, площі поверхні, допустимої нерівномірності по товщині, напрямком потоку частинок, що осаджуються, швидкості осадження, механічними, електрофізичними та іншими параметрами. Частина вимог визначається умовами експлуатації. Не дивлячись на різноманіття вимог, можливо виділити основні з них. Пристрій повинен забезпечувати заданий потік плазми потрібного хімічного елементу або сукупність елементів без домішок або з їх мінімальною кількістю. Плазма повинна вміщувати в своєму складі потрібну кількість іонів, які визначають процес формування плівки та її якість. Бажано, щоб потік плазми отримувався з мінімальними витратами робочої речовини і потужності, яка розсіюється в пристрої та допоміжних елементах (розжарення катоду, котушки магнітного поля). Пристрій повинен бути надійним в роботі, мати просту конструкцію, живлення та керування. Пристрій повинен мати заданий строк безперервної роботи та максимальний строк служби.

Всі термоіонні пристрої можна класифікувати по методу отримання пару та методу іонізації. По методу отримання пару розрізняють наступні пристрої: термічні, плазово-пучкові, електророзрядні, лазерні та інші. По методу іонізації пристрої

розрізняються типом збудження розряду. Вище були розглянуті основні методи отримання пару та дана їх коротка характеристика. Тепер розглянемо способи, за допомогою яких можна іонізувати пар.

Термоіонні пристрої (Таблиця 1.2 [2]) характеризуються наступними параметрами: j – щільність іонного струму насичення, що знаходиться під негативним відносно плазми потенціалом підкладки, mA/cm^2 ; v – швидкість осадження плівки, mkm/s ; F – площа поперечного перетину потоку з неоднорідністю 5%, cm^2 ; m – затрати робочої речовини, mg/s ; W – потужність джерела, Вт ; α – степінь іонізації плазми в потоці, %.

Таблиця 1.2

Тип плазмового джерела	j , mA/cm^2	v , mkm/s	F , cm^2	m , mg/s	W , Вт	α , %	Матеріал, що оса- джується
З автономним джерелом пару:							
зі схрещеними полями	1–10	10^{-3} – 10^{-1}	20–100	2–20	0,2–0,8	1–10	Cu, Al
з несамостійним дуговим розрядом	0,1	10^{-3}	–	–	0,15	10–40	Ag
Плазмово-пучковий:							
з пучково-магнетронним розрядом	0,1–1	10^{-3} – $5 \cdot 10^{-2}$	20–100	–	0,3–3	0,1–1	Cu, Mo
з плазмово-пучковим розрядом	1–100	10^{-3} – 10^{-1}	1–3	1–10	0,8–3	1–90	W, Mo
Електророзрядний:							
з вакуумною дугою	1–80	10^{-2} – 10^{-1}	50–150	5–20	1–5	10–90	Cu, W
з планарним магнетроном при випаровуванні з рідкої фази	70	10^{-1}	30	10–30	1,5	0,1–1	Cu

Для реалізації термоіонного осадження за звичай випарник і підкладку, на яку осаджується плівка, розміщують в середовищі розрідженого інертного газу, в якості

якого частіше використовують Ar. На підкладку подають негативний потенціал, достатній для запалювання та горіння самостійного тліючого розряду між підкладкою та випарником. В аргонову плазму під час горіння вводяться атоми речовини, що осаджується, які, попадаючи в розряд, частково іонізуються. Позитивно заряджені іони речовини, прискорюються в напрямку до підкладки, отримуючи високу енергію (до 10^4 eV) та при осадженні викликають часткове розпилення плівки, що осаджується.

При осадженні плівок провідників на підкладку з провідного матеріалу подають постійну напругу, а при осадженні діелектричних плівок або осадженні матеріалу на діелектричні підкладки – ВЧ–напругу мегагерцового діапазону.

Осадження плівок термоіонним методом можливе у високому вакуумі (при відсутності Ar), якщо існування розряду походить в парах речовини, що випаровується, (це має місце, якщо речовина має більшу пружність пару або використовується потужний випарник), або коли іони генеруються автономним джерелом. Метод забезпечує хорошу адгезію плівки до підкладки, оскільки йому притаманні характерні особливості:

можливість очистки іонами Ar поверхні підкладки та підтримання її "чистою" до тих пір поки не почнеться формування плівки;

розігрів підкладки в результаті високої кінетичної енергії частинок, що осаджуються (іонів та нейтральних атомів);

формування змішаного перехідного шару в наслідок проникнення прискорених іонів матеріалу плівки в підкладку;

можливість керування процесу зародкоутворення і росту осадженої плівки.

Джерела іонів для реалізації методу термоіонного осадження можна розділити на чотири групи [2, 54]:

1) плазма самостійного тліючого розряду, який запалюється між випарником та підкладкоутримувачем;

2) плазма несамостійного розряду з використанням термокатоду, а також ВЧ-розряд, схрещених електричних і магнітних полів, плазмотронів та інших;

3) автономні іонні джерела;

4) джерела пару з частковою іонізацією речовини, що випаровується (ЕПВ, іонна гармата, планарний магнетрон, випаровування з рідкої фази та інші).

Важливою проблемою ЕПВ є довговічність його термокатоду при тиску, що встановлюється для підтримання розряду. Оскільки для довгострокової роботи термокатоду потрібний високий вакуум ($p < 10^{-3}$ Па), а процес термоіонного осадження протікає зазвичай при тиску 0,1 - 10 Па, то в цьому випадку необхідна двокамерна вакуумна система, яка оснащена розподільним екраном з невеликим отвором для електронного пучка (діаметр отвору < 5 мм). При цьому в нижній частині робочого об'єму, який примикає до паромаслового насоса, розташована електронна гармата, забезпечується високий вакуум. В той же час в верхній частині робочого об'єму, куди подається Ar, забезпечується тиск, необхідний для горіння тліючого розряду.

Термоіонне осадження може бути реалізовано за допомогою іонної гармати, яка дозволяє одночасно випаровувати та іонізувати речовину, що випаровується в умовах високого вакууму ($p < 10^{-3}$ Па).

Найбільш простий по принципу дії термічний пристрій з автономним джерелом пару (Рис. 1.3 а) [55]). Катодом служить тигель з робочою речовиною, що нагрівається до високих температури іонним бомбардуванням. Пар речовини, що осаджується, іонізується в просторі між тиглем-катодом та підкладкоутримувачем в розряді, що створюється за допомогою конусоподібного аноду в схрещених електричному та магнітному полях. Позитивний по відношенню до тиглю та підкладки потенціал аноду перешкоджає виходу електронів вздовж магнітного поля. Таким чином, система схрещених електричного та магнітного полів створює пастку для електронів, що дають основний вклад в іонізацію пару. Енергія іонів, які бомбардують металеву підкладку, при потенціалі утримувача підкладки, рівному потенціалу тигля, в слабому магнітному полі близька до eU_a (де U_a – анодна напруга) та знижується при збільшенні індукції магнітного поля B . Розрядний струм (а відповідно і α) пропорційний U_a та B .

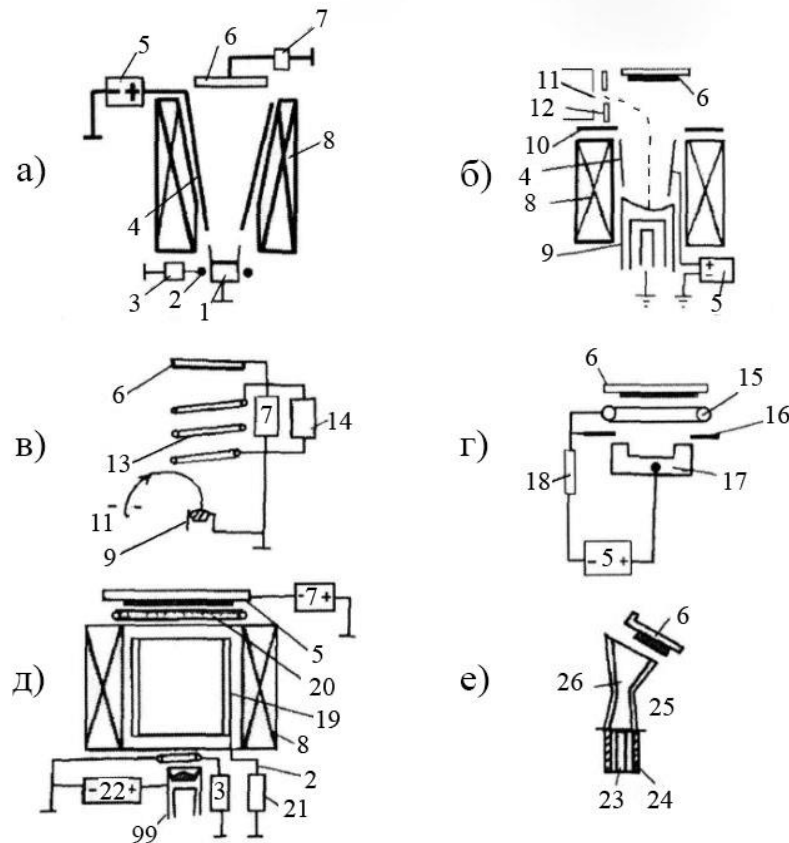


Рис. 1.3. Схема основних термоіонних пристроїв [55]: а) тигельне з автономним джерелом пару; б) пучково-магнетронне; в) пучково-височастотне; г) з несамостійним дуговим розрядом; д) з несамостійним дуговим розрядом і допоміжним електродом; е) з провідником, що вибухає; 1 - тигель-катод; 2 - нитка розжарювання для бомбардування катода; 3 - джерело живлення для нитки розжарювання; 4 - анод; 5 - джерело живлення анодного ланцюгу; 6 - підкладкоутримувач з підкладками; 7 - джерело живлення для подачі зміщення на підкладку; 8 - електромагніт; 9 - водоохолоджуваний тигель; 10 - магнітний екран; 11 - електронна гармата; 12 - система відхилення електронного пучку; 13 - ВЧ-індуктор; 14 - ВЧ-генератор; 15 - розжарений кільцевий катод; 16 - діафрагма; 17 - анод з робочою речовиною; 18 - резистор; 19 - допоміжний електрод; 20 - кільце для напуску газу; 21 - джерело живлення допоміжного електроду; 22 - високовольтне джерело живлення; 23 - центральна жила кабелю; 24 - оболонка кабелю; 25 - фольга, що вибухає; 26 - два зрізаних конуси сепаратору краплин.

Пристрої з схрещеними полями мають основні властивості більшості наступних термоіонних пристроїв: розряд в парах чистих твердофазних речовин без присутності баластного газу дозволяє отримати плівки підвищеної чистоти в вакуумі ($P \approx 10^{-3}$ Па); заряджені частинки прискорюються до енергій 0,2 - 3 кеВ, сприяючи активації процесу осадження; наявність в потоці іонів нейтральних атомів забезпечує високі швидкості осадження в порівнянні з осадженням з іонного пучка та катодним розпиленням; наявність в потоці швидких електронів дозволяє осаджувати плівки на

будь-які підкладки незалежно від їх провідності. Разом з тим значення α , ν , F цих пристроїв були малими в порівнянні з потенціальними можливостями. Цей недолік усувається в пристроях з схрещеними полями, вдосконаленими шляхом використання ефекту порожнинного катоду, коли тигель виготовлюється в вигляді довгого стакану або сопла.

В термічних пристроях більш великий струм отримується, якщо тигель є катодом. Однак для виключення забруднення плівок в результаті розпилення матеріалу тигля можливе використання гарячого тиглю та в якості аноду. Запалення розряду з холодним катодом в цьому випадку ускладняється, тому іонізацію інтенсифікують накопиченням температури термоємисії катоду при резистивному підігріві аноду. Магнітне поле в пристрої відсутнє. Відомо також використання для іонізації речовини, що випаровується з автономного гарячого тиглю, ВЧ-розрядом. Загальний недолік всіх термічних випарників – це обмеженість вибору гарячої речовини із-за можливості взаємодії розплавлених речовини з гарячим тиглем. В основу плазмо-пучкового пристрою магнетронного типу (Рис. 1.3 б) [55]) для запалення розряду покладено використання повздовжнього по відношенню до потоку пару магнітного поля та радіального електричного поля циліндричного аноду. Виникаючий при цьому розряд називають пучково-магнетронним. Швидкість осадження плівки ν можна легко регулювати, змінюючи потужність електронного пучка, а значення α – змінює розрядний струм I_a , однак збільшення I_a та залежного від нього α обмежено, оскільки I_a досягає насичення при $U_a > 250\text{В}$.

Електричний розряд в парах матеріалу, при його випаровуванні електронною гарматою, можна запалити і при відсутності над тиглем повздовжнього по відношенню до пучка електронів магнітного поля або при наявності слабкого поперечного магнітного поля. В останньому випадку електронний пучок відхиляється в поперечному полі на 180° і 270° . Для створення розряду над тиглем розміщують допоміжний електрод під позитивним потенціалом. Режим горіння розряду може бути, як дуговим, так і тліючим. Дуговий режим кращий при випаровуванні тугоплавких матеріалів, у яких температура плавлення вища температури термоємисії.

Замість допоміжного електроду в пристроях з поперечним магнітним полем нерідко використовують ВЧ-частотний індуктор (Рис. 1.3 в) [55]). Перевагою індукційного ВЧ-частотного розряду є слабе забруднення плівок матеріалом конструкції та можливість осадження плівок на більші поверхні. Однак при цьому виникають серйозні труднощі з узгодженням вводу ВЧ-потужності в розряд при переході з однієї речовини на іншу, що значно обмежує область використання вказаних пристроїв. Дуже перспективне використання ВЧ-розряду між пластинами конденсатора для іонізації речовини, що випаровується електронним пучком.

В пристрої, зображеному на (Рис. 1.3 г) [55]), розряд підтримується завдяки емісії електронів з розжареного катоду. Для того щоб підвищити температуру робочої частини аноду, його екранують від катоду контрагуючою діафрагмою. Розряд легко підтримується в парах будь-якого провідника, а якщо використовувати спеціальний тигель, то і діелектрика. В останньому випадку діелектрик завантажують в прикриту сіткою тугоплавку коробочку.

Відомо три режими роботи пристрою: вакуумний, дуговий та тліючий. Вакуумний режим характеризується малим розрядним струмом (≤ 200 ма), підвищеною анодною напругою ($U_a \approx 1,8$ кВ) і малою швидкістю осадження ($v \leq 5$ нм/с) атомів, що випаровуються. В цьому режимі недостатньо умов для розвитку лавин іонізації. Продуктивність процесу випаровування та осадження низька.

При збільшенні потужності випарника, наприклад, шляхом збільшення анодної напруги спостерігається перехід в дуговий режим (спадаюча ділянка ВАХ). Дуговий режим характеризується значним зростанням розрядного струму, зменшення анодної напруги та збільшенням швидкості осадження в 5 - 6 разів в порівнянні з вакуумним режимом. Значно збільшується і коефіцієнт іонізації при переході від вакуумного режиму до дугового, однак α все ж залишається невеликим ($\alpha \approx 1\%$). Випарник дає безкрапельний потік плазми робочої речовини, але крім низького α його значним недоліком являється присутність гарячого катоду в потоці пару.

При високій анодній напрузі ($U_a \approx 10^3$ В) та вимкненому розжаренні кільцевого катоду спостерігається "тліючий" режим роботи пристрою. Перехід в цей режим

супроводжується поступовим зменшенням струму розжарення катоду та збільшенням U_a . В тліючому режимі зростає потужність, яку можна підвести до пристрою, швидкість осадження збільшується в 5 - 6 разів, в 15 - 20 разів зростає потік іонів та підкладку, тобто α збільшується в 3 - 4 рази. Розряд підтримується термоемісією електронів з частини катоду в результаті саморозігріву її іонним бомбардуванням. Якщо катод, що розгрівається, виготовлений в вигляді порожнини, то можливий режим дугового розряду з саморозігрівним до температури аномальної термоемісії катодом при анодних напругах $U_a = 20 - 30\text{В}$.

В результаті іонного бомбардування катоду в пристроях з несамоістійним дуговим розрядом можливе забруднення плівок матеріалом катоду в кількості $3 \cdot 10^{-5} - 2 \cdot 10^{-2}$ маси матеріалу плівки. Деяка складність виникає і з джерелом живлення, оскільки розряд запалюється при високій анодній напрузі, а робочий режим реалізується при низькій анодній напрузі. Значення α збільшують прикладення магнітного поля в область розряду та розміщення над катодом допоміжного електроду під позитивним відносно аноду потенціалом (Рис. 1.3 д) [55]). При цьому пристрій працює, як плазмовий прискорювач. Прискорення плазми досягається за рахунок азимутального дрейфу електронів в схрещених полях, наявності градієнту концентрації атомів вздовж магнітного поля та заземленого джерела електронів (розжареного катоду). Енергія іонів в такому прискорювачі, близька до eU_c , де U_c – потенціал допоміжного електроду.

Найбільш удосконаленими електророзрядними термоіонними пристроями, що знайшли застосування в промислових установках, являються вакуумно-дугові пристрої. Широко їх стали використовувати після того, як були вирішені питання стабілізації катодної плями на робочій поверхні катоду. Вихід катодної плями з робочої поверхні змінює напрямлення потоку плазми та забруднює його матеріалом кріплення катоду. Дуже просто стабілізація досягається шляхом оточенням водоохолоджуваного катоду допоміжним екраном під потенціалом аноду. Створюється розряд за допомогою електроду підпалу, імпульсною подачею газу в розрядний проміжок, пробоем плівки з робочої речовини між анодом і катодом та іншими способами.

Більш громіздка стабілізація катодної плями на робочій поверхні катоду магнітним полем: потік плазми стійкий в напрямку, співпадаючому з силовими лініями магнітного поля. Експериментально встановлено, що катод слід робити в вигляді усіченого конуса з кутом нахилу, який утворюється неробочою боковою поверхнею до осі конусу, рівною 7° і розміщувати катод в соленоїд. Якщо направлення потоку плазми з катодної плями перпендикулярно силовим лініям магнітного поля, пляма утримується на кільцевій траєкторії. Магнітне поле при цьому створюється аксіально-симетричним магнітом, діаметральний перетин якого нагадує букву Ш. Індукція магнітного поля складає 10^{-2} Тл.

Основні переваги вакуумно-дугових пристроїв полягають в високому ступеню іонізації плазми ($\alpha \sim 100\%$), простоті конструкції, легкості формування діафрагмою направленості потоку плазми. Характерний діапазон струмів $I_a = 100 - 300$ А, напруг $U_a = 10 - 60$ В. ВАХ – пряма, паралельна осі струмів. Струм задається напругою джерела живлення та розрядним опором. Основний недолік випарника – присутність рідкої фази в потоці. Розміри та кількість крапель залежить від матеріалу катоду. В середньому радіус крапель складає від 1 до 10 мкм. Оскільки краплі летять по прямим траєкторіям, плазму можна відділити від крапель за допомогою сепаратора, що повертає потік плазми. Але сепарація ускладнює випарник, зменшую щільність плазми в потоці і тим самим знижує конкурентоздатність вакуумно-дугових пристроїв порівняно з іншими.

Слід відмітити, що для термоіонного осадження можна використовувати практично будь-які пристрої з автономним гарячим тиглем-катодом при роботі в режимі з самопідігрівом тигля-катоду іонним бомбардуванням.

Термоіонне осадження може бути реалізовано також з плазми провідників, що вибухають. Для цього в продовж $t = 0,1 - 10$ мкм до тонкої (0,1 мм) проволочки або фольги підводиться потужність 0,1 ГВт. Провідник випаровується та іонізується разом з краплями. Для відділення крапель від потоку плазми на підкладку пропонується між провідником та підкладкою розміщувати два усічених конуса, з'єднаних меншими торцями (Рис. 1.3e) [55]).

Розглянуті раніше традиційні методи мають ряд недоліків. Так ВЧ-розпилювання відзначається дуже низькою продуктивністю і потребує наявності дуже дорогих мішеней. Електронно-променеве випаровування порушує стехіометрію плівок та покриттів, потребує складних систем обертання для нанесення рівномірних покриттів на вироби складної форми та високотемпературної активації синтезу плівок та покриттів. Плазмохімічний процес відрізняється високою токсичністю та потребує використання дорогих газів, а покриття відрізняються низькою механічною міцністю та пористістю. Ці недоліки можуть бути усунуті при використанні імпульсних методів нанесення плівок та покриттів.

1.2. Імпульсні методи нанесення покриттів в вакуумі.

Імпульсне нанесення плівок, знімає температурні обмеження при осадженні, тобто зменшуючи температуру обробки, використовує щільні потоки пару, його іонізацію та прискорення іонів в місце осадження покриття, на декілька порядків підвищує миттєву швидкість осадження (до 0,1 м/с та більше), хоча характеризується деякою нестаціонарністю процесів. Цей метод можна реалізувати, використовуючи імпульсні генератори плазми, імпульсне живлення, наприклад, МРС або електронно-променеве випаровування при подачі імпульсної напруги зміщення на об'єкт нанесення покриття.

Згаданий вище метод вибуху провідників та напівпровідників також відносять до імпульсних методів нанесення плівок [38]. Його можна реалізувати при розряді високовольтової та малоіндуктивної (з високим значенням швидкості наростання струму) конденсаторної батареї (Рис. 1.4 а) [38]). За допомогою цього методу отримані дуже тонкі плівки (близько 10 нм) напівпровідників Ge, InSb та InAs. Типові розміри зразків $0,1 \times 0,1 \times 30$ мм, напруга на конденсаторній батареї із-за питомого опору напівпровідників досягає 500 кВ, амплітуда розрядного струму 150 кА, період розряду 0,2 мкс.

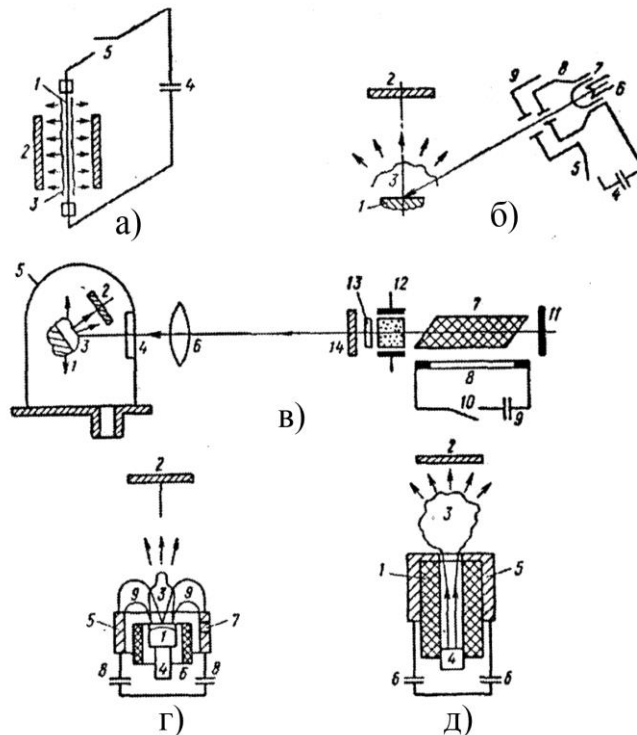


Рис. 1.4. Різноманітні способи імпульсного нанесення плівок: а) електричний вибух: 1 - зразок, що вибухає; 2 - підкладка; 3 - потік продуктів вибуху; 4 - конденсаторна батарея; 5 - керований розрядник; б) випаровування потужним електронним пучком, що сходиться: 1 - мішень; 2- підкладка; 3 - потік пару; 4 - конденсатор або спеціальний генератор імпульсного струму; 5 - керований розрядник; 6 - розжарення катоду електронної гармати; 7 - катод; 8 - електрод фокусування; 9 - анод; в) лазерне випаровування: 1 - мішень; 2 - підкладка; 3 - потік пару; 4 - прозоре вікно; 5 - вакуумна камера; 6 - фокусуюча лінза; 7 - активна речовина; 8 - лампа накачки; 9- конденсатор; 10- розрядник, яким керують; 11 - непрозоре дзеркало; 12- комірка Керра; 13- поляроїд; 14- напівпрозоре дзеркало; г) використання імпульсного генератору металевої плазми: 1 - плазмоутворююча речовина; 2 - підкладка; 3 - потік ерозійної плазми; 4 - центральний електрод; 5 - зовнішній електрод; 6 - ізолятор; 7 - індикуючий електрод; 8 - конденсаторна батарея; 9 - розрядний струм; д) використання генератору діелектричної плазми: 1 - плазмоутворююча речовина; 2 - підкладка; 3 - потік ерозійної плазми; 4 - центральний електрод; 5 - зовнішній електрод; 6 - конденсаторна батарея.

Найбільш характерними рисами нанесення плівок при електровибуховому випаровуванні являються висока швидкість росту плівки ($10^7 - 10^8$ нм/с) та висока енергія конденсаційної плазми (еквівалентна температура $T \sim 10^5 - 10^6$ К). Швидкість потоку плазми 10^5 см/с, а щільність потоку приблизно 10^{23} см⁻²/с. Висока інтенсивність потоку пару характеризується тим, що на 10^8 атомів пару, що бомбардують підкладку, яка знаходиться на відстані $L = 7$ см від зразка, що вибухнув, приходить всього одна молекула залишкового газу (тиск $\sim 133 \cdot 10^{-3}$ Па). Тим самим електровибухове випаровування дозволяє отримати виключно чисті плівки.

На Рис. 1.4 б) [38] представлено імпульсне випаровування під дією електронного бомбардування. Густина струму з катоду (LaB₆) електронної гармати може сягати $j = 10$ А/см², а густина току в пучку $j \approx 300$ А/см²; тепловий потік, який несуть електрони на одиницю бомбардованої поверхні, $q = 10^7$ Вт/см², що достатньо для імпульсного випаровування в вакуумі та нанесення, таким чином, тонких плівок.

Електронний пучок інтенсивно взаємодіє з паром вже при $q = 10^5$ Вт/см² та тиском насиченого пару над бомбардованою поверхнею 133 Па. При $q = 10^6 - 10^7$ Вт/см² через $10^{-5} - 10^{-7}$ с після бомбардування енергія електронів в основному починає тратитись не на фазовий перехід, а на нагрівання та іонізацію вже готового пару та передачу енергії плазмі, яка утворюється. Для цього скорочують протяжність імпульсу електронного пучка.

Випаровування за допомогою лазерного випромінювання в режимах вільної генерації та модульованої добротності також відносяться до імпульсних методів (Рис. 1.4 в) [38]).

Представляє інтерес нанесення тонких плівок та покриттів за допомогою імпульсних генераторів ерозійної плазми – плазмових прискорювачів. Вони використовують в якості основного фізичного процесу сильнотрумний розряд, який горить в парах матеріалів – елементів розрядної камери (електродів, ізоляторів) (Рис. 1.4 г), д) [38]).

Руйнування електродів та ізоляторів в сильнотрумному розряді обумовлено тепловими потоками до елементів розрядної камери, які досягають $q = 10^5 - 10^8$ Вт/см². Імпульсні генератори ерозійної плазми здатні продовж

$10^{-5} - 10^{-3}$ с забезпечити плазмовий потік з швидкістю $(1 - 3) \cdot 10^7$ см/с, температурою до $(5 - 10) \cdot 10^4$ К та щільністю до $5 \cdot 10^{18}$ см $^{-3}$, що неможливо досягнути при допомозі будь-якого з раніше розглянутих випарників.

Метод імпульсного нанесення плівок та покриттів, можна реалізувати при подачі імпульсного зміщення на об'єкт за спеціальним законом, що дозволяє використати традиційне обладнання вакуумної камери (без змін та ускладнень) для термоіонного осадження, при цьому проводячи імпульсне напылення плівок та покриттів з усіма його перевагами. На об'єкт може імпульсно подаватися, як негативна, так і позитивна напруга відносно плазми в залежності від потреб технологічного циклу. Ця напруга створюється імпульсним модулятором (ІМ). Крім того ІМ може використовуватись, як джерело живлення магнетронної розпилювальної системи, де використовується звичайний магнетрон [17, 63, 10, 53, 9, 64, 24, 65, 27, 28].

В імпульсних системах виріб, на який наноситься покриття, піддається дії як нейтральних, так і заряджених частинок. Так, при нанесенні плівок та покриттів методом термічного випаровування у високому вакуумі на підкладку надходять атоми та іони матеріалу, що осаджується. Якщо ж покриття наносять методом катодного розпилення, то підкладка також піддається дії іонів робочого газу, що прискорюються в шарі просторового заряду біля підкладки, до якої підводиться негативна напруга зміщення.

В Таблиця 1.3 Наведено основні методи осадження з імпульсним іонним бомбардуванням.

Реальні схеми імпульсного ТІО під певні технологічні задачі описані в [66, 67, 68, 69, 70, 71].

Таблиця 1.3

Методи осадження з імпульсним іонним бомбардуванням

Метод	Матеріал, що осаджується	Тип підкладки	Рід та тиск робочого газу	Спосіб створення плазми	Спосіб подачі негативного зміщення
Розпилення на постійному струмові	Метали	Провідники	Аргон, криптон, 0,4-0,67 Па	Безперервний розряд	Імпульсний [4] $\tau=6$ мс, $E_{зм}=2,5$ кВ, $F=40$ Гц
ВЧ розпилення	Метали, діелектрики	Провідники	Аргон, 0,67 Па	Безперервний ВЧ розряд	Імпульсний [5,6] $\tau=15$ с, $E_{зм}=40-2000$ В, $F=0,2-2$ хв ⁻¹
Електронно-променево випаровування	Метали, діелектрики	Провідники	Аргон, 0,01 Па	Імпульсний розряд ємності, $F=1-200$ кГц	Постійна напруга [8] $E_{зм}=800$ В
		Провідники, непровідники	Вакуум, 10^{-3} Па	Імпульсно-модульований ВЧ, індукційний розряд, $f=880$ кГц, $F=1-5$ кГц, $\tau=40$ мкс	Немодульована ВЧ або постійна напруга [11]
Примітка: f - частота ВЧ коливань, F та τ - частота повторень та протяжність імпульсів, $E_{зм}$ - напруга зміщення.					

1.3. Розряд в схрещених полях

Для реалізації термо-іонного осадження потрібно отримувати потік речовини з певною кількістю іонів в її складі. Для генерації іонів використовують різні типи розрядів - це дуговий, дуговий з розжареним катодом, тліючий нормальний, тліючий аномальний, розряди в схрещених полях, включаючи магнетронний, індукторний, ВЧ-розряди... В Таблиця 1.4 відображені типи плазмових джерел та їх параметри. Основні параметри цих джерел, як генераторів плазми це – щільність струму, потужність та ступінь іонізації. По цім параметрам більш ефективними є джерела, в яких плазма створюється в схрещених полях.

Для прикладу розглянемо схематично зображені на Рис. 1.5 розпилювально-плазмові системи генерації плазми. Оскільки потенціал розрядної плазми близький до потенціалу аноду, то в цих системах напруга, що прискорює іони, котрі бомбардують мішень, приблизно рівна розрядній напрузі. Тобто, в іонно-плазмових розпилювальних системах повинен використовуватись розряд з напругою порядку 0,5 кВ та вище, який відповідає максимальному значенню енергетичної ефективності іонного розпилення [54, 17]. Цій вимозі відповідає аномальний тліючий розряд з живленням напругою постійного струму або високої частоти в системах без магнітного поля (Рис. 1.5 а)) та магнетронний розряд в системі, що показана на Рис. 1.5 в).

В тріодній системі (Рис. 1.5 б)) створюється допоміжний дуговий розряд між катодом розжарення та окремим анодом, а мішень та підкладка розташовуються вздовж плазмового стовпа розряду. В цій системі щільність струму дугового розряду визначається щільністю іонного струму на мішень.

Магнетронна система по своїй складності займає проміжне місце між діодною та тріодною.

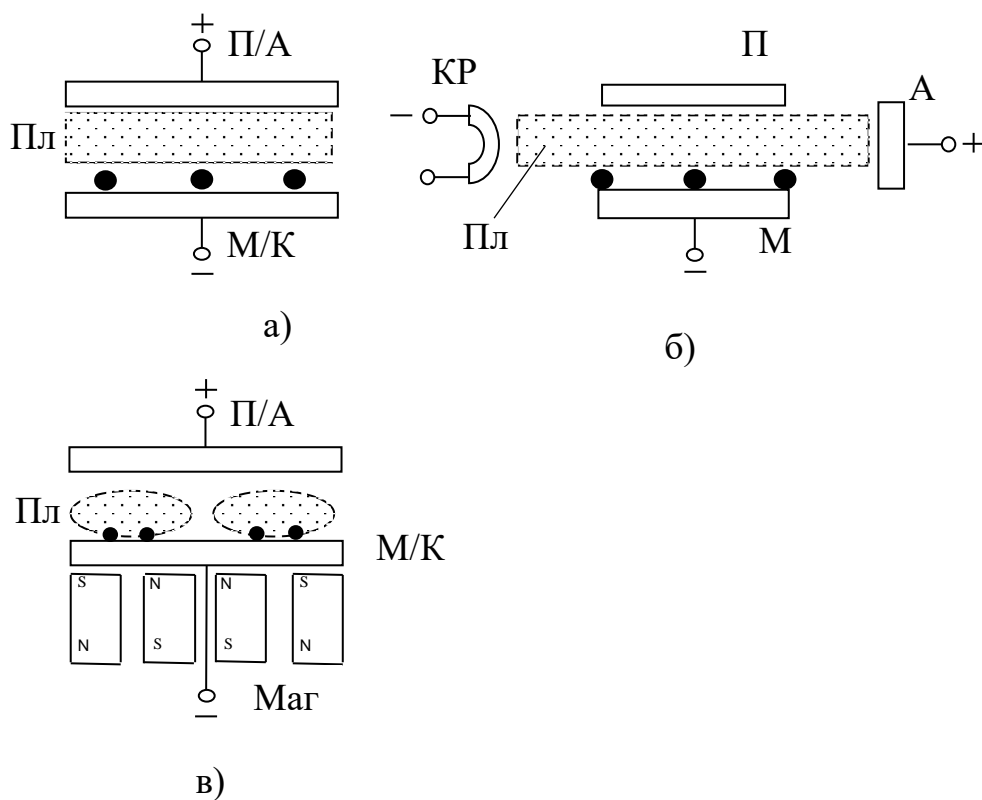


Рис. 1.5. Схеми розпилювальних систем: а) – діодна, б) – тріодна, в) – планарна магнетронна. А – анод, К – катод, М – мішень, Маг – магніт, КР – катод розжарення, П – підкладка, Пл – плазма розряду. [17]

Таблиця 1.4

Робочі параметри різних типів розпилювальних систем [54, 17].

Параметр	Діодна ПС	Діодна ВЧ	Тріодна без м.п.	Тріодна з м.п.	Система з ДІ	Магнетр. ПТ	Магнетр. ВЧ
p , Па	1-15	0,5-5	0,05-0,7	0,01-0,15	$(1-15)10^{-3}$	0,3-1,5	0,1-0,7
U , кВ	3,0-5,0	1,0-2,0	1,0-2,0	1,0-2,0	1,0-3,0	0,4-0,8	0,7-1,0
ε_i , кэВ	2,0-3,5	0,7-1,5	1,0-2,0	1,0-2,0	1,0-3,0	0,3-0,5	0,5-0,7
I_i , А	0,5-0,8	1,0-2,0	3,0-5,0	10-15	0,2-0,5	15-20 ¹	2,0-4,0
W_c , кВт	2,0-5,0	3,0-5,0	10-15	35-40	8,0-10	8,0-15 ²	3,0-5,0
χ	0,5-0,6	0,2-0,6	0,3-0,7	0,3-0,7	0,03-0,15	0,6-0,7	0,3-0,6
η , мкг/Дж	0,9-1,4	1,6-2,5	1,4-2,1	1,4-2,1	1,0-2,1	3,0-3,8	2,5-3,0
η_c , мкг/Дж	0,5-0,7	0,5-1,0	0,6-1,0	0,6-1,0	0,06-0,15	2,1-2,3	0,9-1,5
Примітка: м.п. – магнітне поле, ДІ – джерело іонів, p – тиск газу, U – розрядна напруга, ε_i – енергія іона на мішені, I_i – струм іонів на мішень, W_c – сумарна потужність системи, що включає затрати потужності на розігрів термокатодів, допоміжних розрядів та живлення соленоїдів, $\chi = \varepsilon_i I_i / W_c$ – відношення потужності іонного потоку на мішень до всієї потужності, що споживає система, η – енергетична ефективність процесу іонного розпилення, $\eta_c = \eta \varepsilon_i I_i / W_c$ – енергетична ефективність всієї системи.							

¹ В сучасних системах для нанесення плівок на великі поверхні струм іонів може сягати 100 А та більше² В сучасних системах для нанесення плівок на великі величина потужність може сягати 100 кВт та більше

В Таблиця 1.4 наведені параметри розглянутих систем при живлення напругою постійного струму та високої частоти, а на Рис. 1.6 приведені вольт-амперні характеристики діодної та магнетронних систем. Можна бачити, що МРС перевершує інші по величині іонного струму, максимальній потужності, енергетичній ефективності всієї системи η_c .

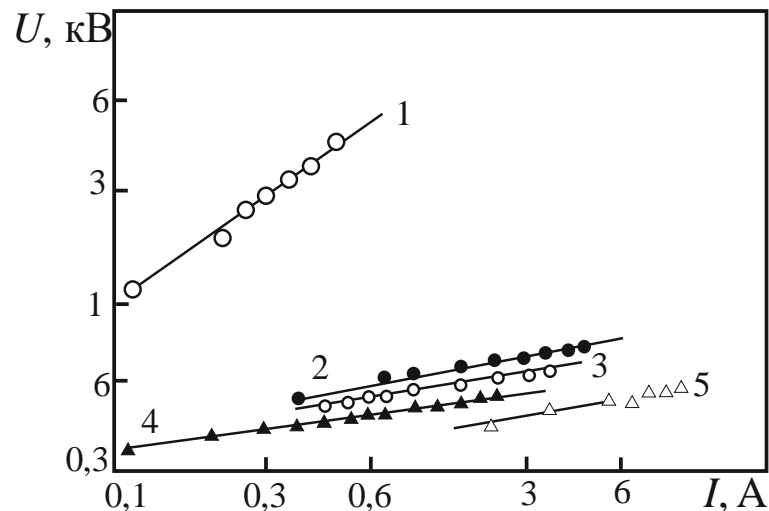


Рис. 1.6. Вольт-амперні характеристики різних розпилювальних систем [72, 17]. 1 – плоскопаралельна діодна система без магнітного поля, 2 – циліндричний штировий магнетрон, 3 – круглий планарний магнетрон, 4 – циліндричний з мішенню в вигляді труби, 5 – прямокутний планарний магнетрон. Тиск аргону [Па]: 1 – 6,5; 4 – 5 – 0,13.

Найбільш ефективна генерація вільних іонів притаманна системі з схрещеними полями - МРС, що пов'язано, дякуючи магнітному полю, збільшенню довжини траєкторії електронів в області горіння плазми, відповідно збільшенню ймовірності їх зіткнення з атомами та іонізацією останніх.

Магнетронний розряд (Рис. 1.5 в) має більш високу ефективність іонізації газу в порівнянні з аномальним тліючим розрядом в діодній системі без магнітного поля (Рис. 1.5 а) при цьому плазма існує при значно менших розрядних напругах та робочому тиску. (див. Таблиця 1.4 та Рис. 1.6).

Умова самопідтримки розряду описується рівнянням [17]:

$$\gamma \cdot M = 1,$$

де M — коефіцієнт генерації іонів в газі, що визначається кількістю іонів, які приходять на катод при виході з нього одного γ - електрона. Коефіцієнт γ визначає відношення струму вторинних електронів до струму іонів. Кількісно

ефективність іонізації визначається величиною коефіцієнта M . В магнетронному розряді $M \approx 10$, тоді коефіцієнт вторинної емісії з катоду повинен складати $1/10$. Для підтримки розряду при такій величині γ достатньо розрядної напруги в декілька сотень вольт (працює механізм потенціальної іон-електронної емісії).

Для аномального тліючого розряду M в декілька разів менший, тому відповідно $\gamma \approx 0,3 - 1,0$, та повинен працювати механізм кінетичної емісії разом з потенціальною, а це забезпечується при більш високих розрядних напругах, що спостерігається на практиці.

В той же час робочий тиск в магнетронній системі вище, чим в тріодній. Це пояснюється тим, що електронна емісія розжареного катоду в тріодній системі забезпечує підтримку дугового розряду при дуже низькому тиску робочого газу. Зниження тиску в магнетронній системі призведе до того, що M стане нижчим значення $1/\gamma$, що спричинить порушення умов підтримки самостійного розряду.

Перевага магнетронних систем, тобто систем зі схрещеними полями над іншими є те, що в них більш ефективно генеруються вільні іони. Тобто в магнетронному розряді можна отримати високі щільності іонних струмів (до десятків ампер на квадратний сантиметр), це недосяжно в інших системах (для діодної системи з аномальним розрядом $1 - 10 \text{ mA/cm}^2$, для іонно-променевої системи до 1 mA/cm^2).

В магнетронному розряді можна отримувати високий ступінь іонізації розпиленої речовини (до 90 %) [73, 74, 17], що спричиняється високою щільністю розрядного струму в плазмі. Це обумовлено тим, що в МРС найбільш ефективно генеруються вільні іони.

1.4. Вплив імпульсного живлення на технологічний процес нанесення покриття при іонно-плазмовому осадженні

Покриття складного вмісту зручно отримувати з простих речовин. Один з таких способів – це нанесення покриття з парового потоку в середовищі активного, реакційного газу. Для цього використовують потоки речовини з

випарника або з мішені, що розпилюється, в розряді [42, 54, 72, 75, 76, 17]. Зазвичай використовуються молекулярні потоки металів, які осаджуються на поверхню, де вони взаємодіють з молекулами газу, створюючи певну структуру, наприклад, окисну плівку (активний газ кисень) [33, 7, 30, 11, 15, 21].

При використанні розрядів на постійному струмі для розпилення металів виникає ряд проблем пов'язаних зі створенням діелектричних шарів на поверхні мішені. Це виникнення дуг на мішені та створення ефекту “зникнення аноду”, що є результатом взаємодії активного газу з матеріалом мішені на її поверхні [55, 17].

Для магнетронних розрядів (в схрещених полях збудження та підтримання розряду більш ефективно) проблема вирішується за допомогою імпульсного або синусоїдального живлення напругою середньочастотного діапазону (10 – 1000 кГц), струм розряду в цьому випадку являє собою послідовність однополярних або біполярних імпульсів [77, 78, 79, 80, 81, 76].

Імпульсне живлення магнетронного розряду знижує теплове навантаження на мішень (для МРС) на підкладку за рахунок керування скважністю імпульсів та їх амплітудою. Крім того імпульсні режими значно збільшують щільність розрядного струму та підвищують ступінь іонізації речовини, що осаджується, до 30 – 40 % та вище [74, 82, 83, 84, 85, 86, 87, 88]. Для імпульсних МРС зона ерозії ширше, чим для МРС, які працюють в режимі постійного струму, що дозволяє отримувати покриття більш рівномірні по товщині [84, 85].

Принцип керування плазмовим процесом за допомогою імпульсного живлення (джерело живлення – імпульсний модулятор) генератора плазми зображений на Рис. 1.7.

За допомогою амплітуди імпульсу підлягають впливу та керування наступні параметри плазмового процесу:

- ступінь іонізації плазми;
- енергія заряджених частинок;
- швидкість розширення та об'єм плазми;
- температурний режим об'єкту нанесення плівки.

Імпульсна напруга на генераторі плазми або напруга зміщення

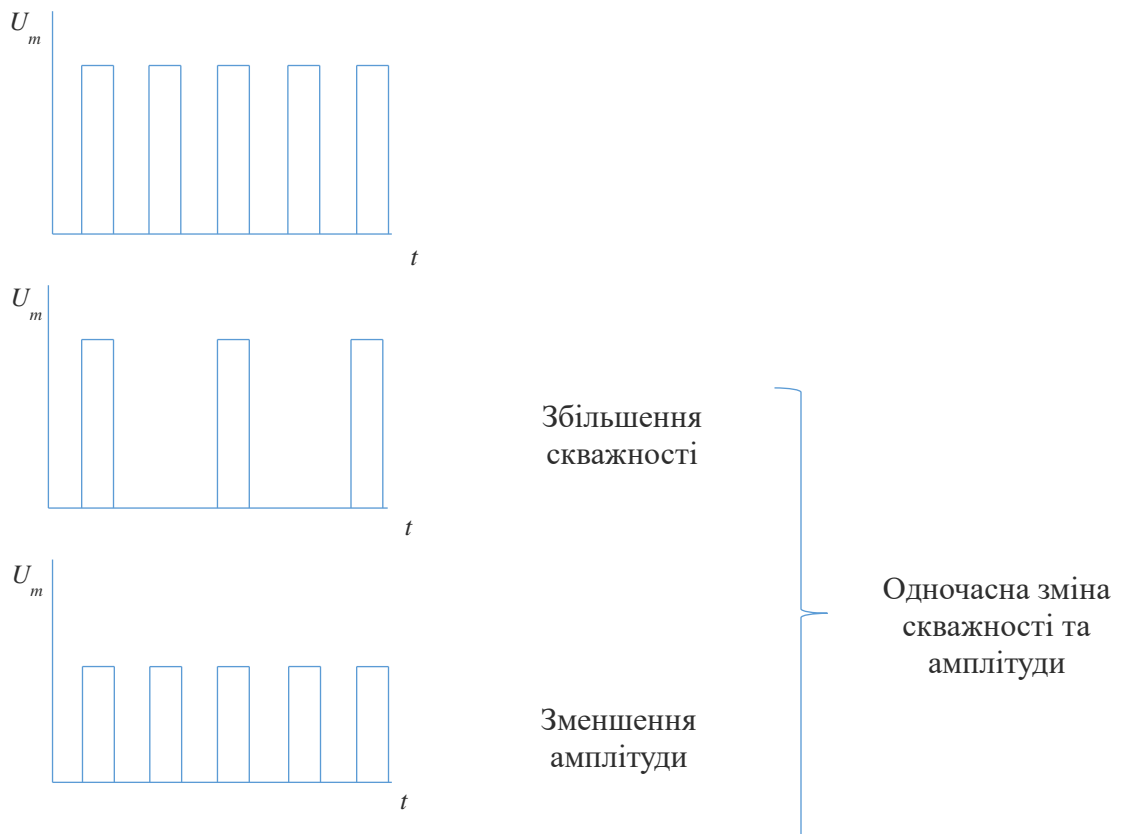


Рис. 1.7. Принцип керування плазмовим процесом за допомогою імпульсного живлення генератора плазми

Скважність імпульсів впливає на:

- температурний режим магнетрону;
- температурний режим об'єкту нанесення плівки.

Відповідно перелічені зверху параметри впливають на властивості покриттів та розширюють можливості роботи МРС та відповідно впливають на:

- адгезію покриття;
- морфологічну структуру покриття;
- температурі мішені магнетрону.

1.5. Методи отримання розгалуженою поверхні на анодній алюмінієвій фользі електролітичних конденсаторів.

Покриття з розгалуженою поверхнею, можуть використовуватись як конвертуючі, світло- та теплопоглинаючі, сорбуючі та руйнуючі покриття, або покриття, що мають велику питому площу поверхні [89, 90, 91, 92, 93]. Вони можуть використовуватись в різноманітних галузях народного господарства: в космічний, тепловакуумній, геліотехніці, в електролітичних конденсаторах, покриттях на електроди озонаторів, в руйнівниках газу, оптичних покриттях... Відповідно до призначення розгалужену поверхню отримувати певним методом.

При створенні електролітичних конденсаторів виробники постійно борються за збільшення питомої площі поверхні конденсаторної фольги.

Існує ряд традиційних методів отримання поверхні з розвинутою, розгалуженою конфігурацією [89, 90, 93]. Їх можна розділити на механічні, хімічні та нанесення покриття, що вже має потрібну розгалужену структуру, на поверхню.

До механічних методів, що являються найбільш простими, відносяться: прокатка фольги на вальцах з посипкою дрібних частинок абразивної речовини, наприклад, кварцу або корунду, прокат фольги на вальцах з фігурним рельєфом, обробка поверхні піскоструєм, крацовка.

Але всі ці механічні методи мають недоліки: незначне збільшення поверхні (коефіцієнт збільшення поверхні $n = 2 \div 3,5$), поява наклепу, що утруднює подальшу обробку, неможливість повної очистки поверхні від частинок металу та абразиву, які вдавнені в поверхню при обробці.

Слідусь відмітити, що Катона [94], використав послідовну обробку поверхні піскоструєм спочатку крупними частинками ($100 \div 200$ мкм), а потім дрібними (менше 20 мкм) і зміг підвищити коефіцієнт збільшення поверхні до $5 \div 6$, але усунути інші недоліки механічної обробки йому не вдалось.

В наслідок цих недоліків механічні методи збільшення поверхні, наприклад анодів електролітичних конденсаторів, в даний час не використовуються. Широке розповсюдження отримали методи хімічної

обробки. Так алюмінієву анодну конденсаторну фольгу для отримання розгалуженої поверхні обробляють в розчинах, що містять соляну кислоту або її солі. Соляна кислота легко вступає в реакцію з алюмінієм, розчиняючи його з утворенням $AlCl_3$. Наявність на поверхні алюмінію неоднорідностей в кристалічній структурі та слідів природного окисного шару призводять до нерівномірного розчинення алюмінію по поверхні анодної фольги.

Процес розчинення протікає швидше на тих ділянках, на яких природний окисний шар більш тонкий або має тріщини та пори, або на яких розчинність алюмінію більша. Тому реакція травлення спочатку йде нерівномірно, утворюючи на поверхні ритвини та поглиблення.

Якщо процес травлення призупинити на цьому етапі, то можна отримати алюміній з сильно збільшеною поверхнею. Та якщо процес травлення продовжити до повного руйнування поверхневих неоднорідностей, то подальша реакція розчинення йде рівномірно і досягнена в першій стадії розгалуженості поверхні швидко згладжується.

Коефіцієнт збільшення поверхні при хімічному травленні анодної фольги знаходиться в межах $2 \div 10$, що значно більше чим при механічних методах.

Дуже чистий алюміній травиться значно повільніше, і досягти на ньому значного збільшення поверхні значно важче. Найбільш широке розповсюдження, особливо в зв'язку з використанням для анодів дуже чистого алюмінію ($99,95 \div 99,99 \%$), знаходить електрохімічне травлення анодної фольги.

При електрохімічному травленні проводиться електроліз в ванні з розчином повареної солі, при цьому анодом служить алюмінієва фольга, поверхня якої підлягає збільшенню.

Обробка поверхні алюмінію перед травленням металевими щітками (крацовка) також збільшує коефіцієнт травлення.

Процеси, що проходять при електрохімічному травленні, аналогічні процесам при хімічному травленні.

Однак електрохімічне травлення дозволяє регулювати підхід іонів хлору до поверхні алюмінію зміною щільності струму і тим самим забезпечує легке керування процесом травлення.

Окрім більш простого керування процесом травлення, електрохімічне травлення має ще й ту перевагу, що використовується в якості основного реактиву повареної солі здешевлює цю операцію і усуває шкідливі для здоров'я та небезпечні в користуванні кислоти.

Електрохімічне травлення забезпечує збільшення поверхні фольги на низькі робочі напруги в $15 \div 20$ разів і фольги на високі робочі напруги в $7 \div 10$ разів.

Важливу роль при виробництві алюмінієвих електролітичних конденсаторів відіграє застосування сировинних матеріалів належної чистоти, що є головною умовою отримання продукції хорошої якості.

Найбільш жорсткі вимоги повинні висуватись до алюмінію, з якого виготовляють аноди електролітичних конденсаторів.

Так як в електролітичному конденсаторі діелектриком служить шар окислу алюмінію, що утворюється на аноді, то присутність в останньому інших металів, які не дають при з'єднанні з киснем діелектричних окислів, створює в ізоляції конденсатора провідні містки, по яким замикається струм.

Наявність сторонніх металевих включень до алюмінієвих анодів небезпечно ще й тому, що приводить до появи в електролітичному середовищі мікроелементів, які викликають корозію руйнуючу анод.

Як показали дослідження А. А. Петровського [95], найбільш небезпечним є присутність заліза в анодному алюмінію. Іншими домішками, які знижують стійкість до корозії, являються кремній та мідь.

Мюррісет [96] приводить в своїй роботі дані про вплив на струм втрат зразків формованої фольги заліза, міді та цинку. Рафінований метал, що містить 99,99 % алюмінію, і в метал, що містить 99,85 % алюмінію, вводять мідь в кількості від 0,0007 до 0,0002 %, залізо в кількості 0,0032 до 0,1 % та цинк в кількості від 4,82 до 4,87 %.

В усіх випадках підвищення вмісту домішок призводило до зростання струму втрат. Різке підвищення струму втрат спостерігалось при підвищенні вмісту заліза вище 0,02 %.

Наявність сторонніх домішок в анодному алюмінію, навіть в незначний кількості, різко відображається і на якості готових конденсаторів, що призводить до збільшення струмів втрат та скороченню строку служби. В наслідок цього для виготовлення анодів електролітичних конденсаторів потрібно використовувати дуже чистий алюміній.

Окрім сторонніх домішок, на якість конденсаторів значним чином впливає стан поверхні фольги, яку використовують для виготовлення анодів. Присутність на поверхні фольги забруднень у вигляді вуглецю, що виникали в результаті випалювання залишків змащування, жирів та масл, окалини на інше; а також механічних дефектів в вигляді подряпин, розривів та розшарувань, ускладнює очистку фольги перед формовкою та знижує електричні характеристики конденсаторів.

Відповідно до згаданого вимагається, щоб поверхня фольги була гладкою ретельно очищеною від усіх згаданих забруднень та вільною від механічних дефектів.

1.6. Структура окисних шарів на алюмінієвій фользі, отриманих за традиційною технологією.

В процесі формовки алюмінієвої анодної фольги на її поверхні утворюються пори. Румпель визначив [97], що число пор на квадратний сантиметр порядку $4 \cdot 10^8$. По водопоглиненню і електричному опору було встановлено, що діаметр пор має величину порядку 10^3 А. Килер та інші [98, 99] знайшли, що структура оксидних плівок, які формовані в сірчаній, хромовій, фосфорній та щавлевій кислотах в основному аналогічна. Було встановлено, що оксид складається з гексагональних комірок, зовнішня та внутрішня частини яких випучувались в розчин та метал відповідно. За допомогою фотографій реплік пор було встановлено, що в центрі кожної комірки розташована пора.

Лінійні розміри комірок збільшуються пропорційно напрузі формовки ($C = aU + b$) при умові, що напруга під час формовки підтримується постійною. В цьому рівнянні b -діаметр пори, aU - подвійна товщина стінок навколо пори. При цьому діаметр пори знаходиться в межах $120 \div 330$ А. Ідеалізована структура пори по Келлеру та ін. [98] показана на Рис. 1.8. Мікроструктури пористих плівок зображені на Рис. 1.9.

Пароутворення в системі кисень-алюміній розглядається в роботах [101, 102, 103, 104].

При взаємодії кисню та алюмінію можуть утворюватися різні кристалічні структури, що мають певні фізичні та хімічні властивості, яким присвячено значну кількість робіт. Так Чукин Г.Д. [92] досліджує та систематизує утворення різних модифікацій Al_2O_3 , що використовуються для створення каталізаторів гідроочищення, що мають максимальну активність. Використовуваний в каталізаторному виробництві так званий «активний оксид алюмінію» представляє собою низькотемпературну нестабільну модифікацію γ - Al_2O_3 , що утворюється при термічному розкладанні гідроксидів алюмінію.

Алюмокисневій система має два стабільних стани - кристалічні трігидроксида алюмінію і корунд, при цьому існує безперервний ряд проміжних станів, розташованих між $Al(OH)_3$ і α - Al_2O_3 , що утворюються при переході системи з одного стабільного стану в інший (Рис. 1.10) [92]. Одним з таких проміжних станів є низькотемпературний оксид алюмінію γ - Al_2O_3 , що використовується в каталізаторах.

І. Левін та Д. Брандон [105] дослідили стабільні та метастабільні структури Al_2O_3 та розділили їх на дві категорії за типами кристалічних решіток для аніонів кисню — це гранецентрована кубічна та гексагональна, а розподіл аніонів призводить до різних поліформ.

В [106] описано отримання α -, γ -, θ -структур при атмосферному тиску, використовуючи мікрохвильовий генератор плазми.

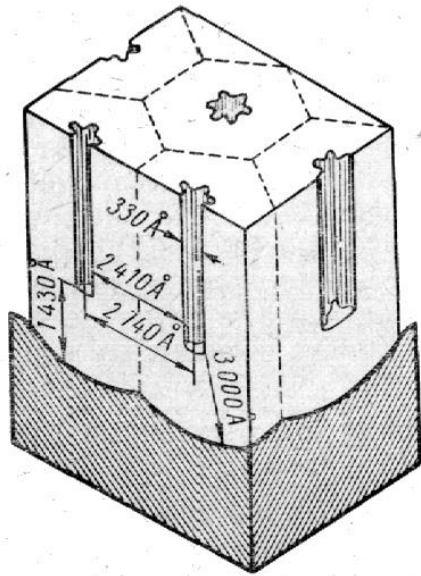


Рис. 1.8. Ідеалізована структура плівки, що формована в фосфорній кислоті до 120 В [98].

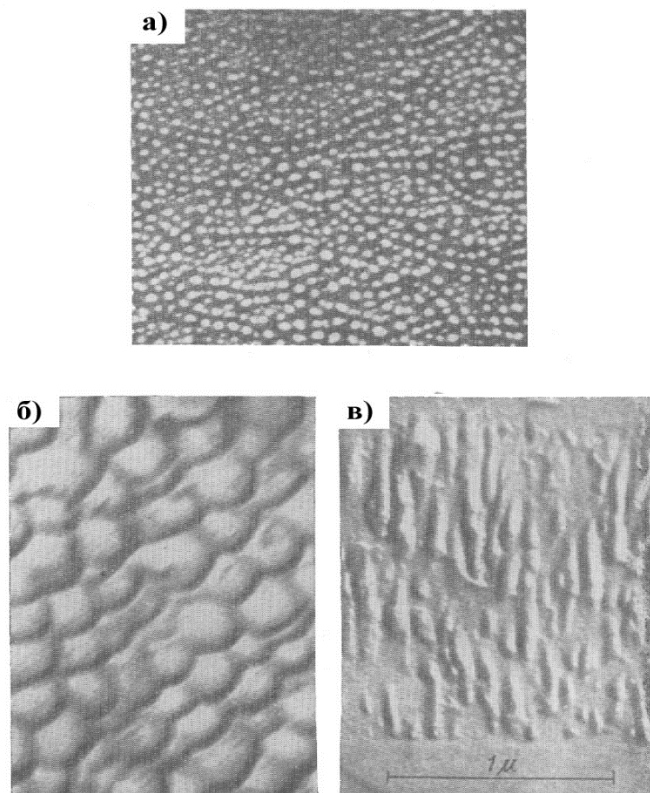


Рис. 1.9. Структура пористих плівок на алюмінію: а - пори в проходжуючих променях, $\times 35000$, плівка формована в фосфорній кислоті до 30 В [98], б - на металевій підкладці (оксидна репліка), $\times 40000$, плівка формована в фосфорній кислоті до 90 В; в - поперечний перетин плівки, що формована в фосфорній кислоті, $\times 36000$ [100].

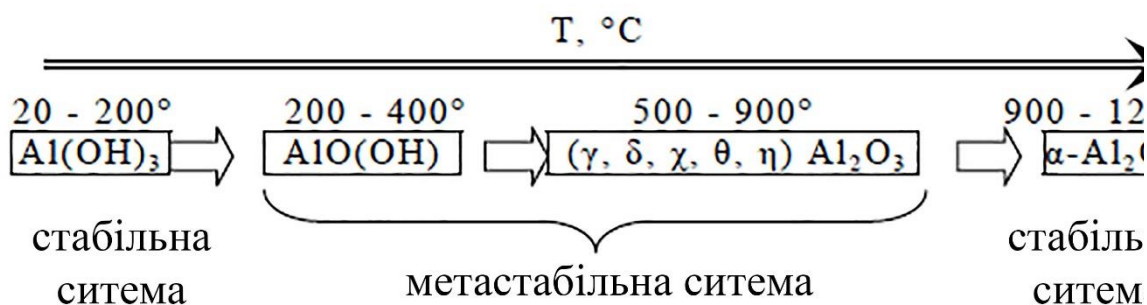


Рис. 1.10. Стабільні та метастабільні структури алюмоокисневої системи [92].

В багатьох випадках, коли з'єднання Al – O знаходиться метастабільній формі, складно визначити кристалічну фазу речовини, причому таких фаз може бути декілька. В [R. Li] розглядається моделювання таких структур, як кластери фулеренового типу (Al₂O₃)_n, де n = 1-7.

В [107] наносили структури Pt-Al₂O₃ (об'ємна частина Pt 0,18 - 0,53) на оптично відполіровані скляні підкладки шляхом одночасного напилення за допомогою композитних мішеней. Отримані плівки при 0,43 Pt об'ємної частки демонстрували гарну спектральну селективність сонячної енергії, яку можна покращити при покритті плівкою Al₂O₃.

Дослідження росту плівок Ni на зміну їх структур для діодної розпилювальної системи при низьких та високих тисках та напрузі анод – катод 3000 В описано в [108].

Е. Bultinck, А. Bogaerts [109], використовуючи моделювання зіткнень в схрещених полях магнетронного розряду для мішені з Ti в середовищі Ar/O₂ спрогнозували стехіометрію осадженої плівки TiO_x.

Вплив активних газів при осадженні вивчається в публікаціях [110, 111, 112, 113, 114], де зазначається, що їх тиск впливає на процеси, що відбуваються на поверхні при створенні кристалічних структур.

В роботах Л. С. Палатника також розглядаються структурні особливості та пористість вакуумних конденсатів алюмінію [115, 116].

В [117] розглянуто магнетронне напилення при підвищених тисках та вплив термалізованих атомів емітованих мішенню на нагрів та рух газового середовища.

Смирнов Б.М. [50] розглядає процеси з участю кластерів та малих часток та аналізує їх з точки зору взаємодії з атомами буферного газу. В [Каштанов] розглядаються процеси в потоці магнетронної плазми, що протікають з участю атомів та кластерів металу.

1.7. Висновки до розділу 1.

1. Паровий потік можна отримувати термовакuumним випаровуванням, який має високу швидкість випаровування та можливість регулювання її шляхом зміни вкладеної в нагрів енергії, стерильність процесу з низьким рівнем забруднення в покритті, можливість вести процес в різних типах газового середовища, низьку вартість та простоту реалізації процесу.
2. Термовакuumний метод випаровування “спалахом” характеризується низькою вартістю обладнання, відсутністю радіаційних дефектів в створюваній структурі, можливістю осадження плівок сплавів з різними точками плавлення компонентів, а до недоліків – можливістю розбризкування матеріалу.
3. Метод електронно-променевого випаровування має можливість контролю нагріву речовини, що випаровується, а також такі ж великі швидкості осадження, як і при звичайному термічному випаровуванні.
4. Традиційні методи нанесення тонких плівок в вакуумі мають ряд недоліків. Так ВЧ-розпилювання відзначається дуже низькою продуктивністю і потребує наявності дуже дорогих мішеней. Електронно-променеве випаровування порушує стехіометрію плівок та покриттів, що складаються з декількох компонентів, потребує складних систем обертання для нанесення рівномірних покриттів на вироби складної форми та високотемпературної

активації синтезу плівок та покриттів. Плазмохімічний процес відрізняється високою токсичністю та потребує використання дорогих газів, а покриття відрізняються низькою механічною міцністю та пористістю.

5. Для іонно-плазмових методів нанесення покриттів ефективним являється збудженням та підтримання розряду в схрещених полях. Це магнетронні системи та системи з використанням індуктору. В яких, дякуючи магнітному полю, збільшується довжина траєкторії електронів в області горіння плазми, відповідно збільшується ймовірності їх зіткнення з атомами та іонізація останніх. Плазма існує при значно менших розрядних напругах та робочому тиску.
6. Іонно-плазмова осадження покриттів можливе у високому вакуумі (при відсутності Ar), якщо існування розряду походить в парах речовини, що випаровується. Метод забезпечує хорошу адгезію плівки до підкладки, оскільки йому притаманні характерні особливості:
 - можливість очистки іонами Ar поверхні осадження;
 - розігрів підкладки в результаті високої кінетичної енергії частинок осадження;
 - формування змішаного перехідного шару в наслідок проникнення прискорених іонів матеріалу плівки в підкладку;
 - можливість керування процесу зародкоутворення і росту осадженої плівки.
7. Імпульсне іонно-плазмова осадження знімає температурні обмеження при осадженні, використовує щільні потоки іонізованого пару, іони якого прискорюються в напрямку осадження, збільшує на декілька порядків миттєву швидкість осадження.
8. Імпульсне іонно-плазмова осадження можна реалізувати, використовуючи імпульсне генерування плазми в потоці речовини, імпульсне живлення МРС або електронно-променеве випаровування при подачі імпульсної напругу зміщення на об'єкт нанесення покриття.

9. Амплітуда та скважність є основними параметрами імпульсного режиму ТІО, що впливають на адгезію та морфологію покриття, температуру мішені магнетрону, через вплив на ступінь іонізації плазми, енергію іонів, температурні режими мішені (для МРС) та об'єкту нанесення покриття.
10. Використовування імпульсних модуляторів (ІМ) зменшує ймовірність утворення руйнівних дуг на мішені.
11. При застосуванні ІМ можна використовувати вакуумне обладнання для нанесення тонких плівок та покриттів, що й при звичайних методах нанесення в вакуумі без додаткової модернізації вакуумної камери.
12. Розгалужену поверхню можна отримувати різноманітними методами. Їх можна розділити на механічні, хімічні та нанесення покриття, що вже має потрібну розгалужену структуру, на поверхню, або їх комбінації. Механічні та хімічні методи вичерпали свої можливості.
13. З'єднання Al – O має різноманітні структури, при утворенні яких частина з них створює розгалужену поверхню.
14. Присутність сторонніх домішок в алюмінію анодній фользі електролітичного конденсатору призводить до процесів корозії. Тому важливо використовувати надчисті матеріали для цих фольг.
15. Таким чином для отримання розгалуженою (розвинутої) поверхні на анодній конденсаторній фользі пропонується використовувати вакуумну технологію імпульсного реакційного термоіонного осадження зі збудженням розряду в схрещених полях, що дозволить уникнути забруднень на фользі та створить покриття з розгалуженою поверхнею та гарною адгезією.

РОЗДІЛ 2. МЕТОДИКА ПРОВЕДЕННЯ ЕКСПЕРИМЕНТІВ ТА ІНШИХ ДОСЛІДЖЕНЬ.

2.1. Методики та обладнання для дослідження характеристик імпульсного магнетронного розряду

Напилення плівок конденсату Ti-N та Ti проводилось на установці магнетронного розпилення УВН-2М-1, оснащеної форвакуумним насосом НВР – 5Д ГОСТ 14707-69 та дифузійним насосом типу НВД-400. Тиск у вакуумній камері вимірювався за допомогою вакуумметра типу ВІТ-2 з манометричним перетворювачем ПМТ-2 від атмосферного тиску до вакууму 1 Па, та ПМІ-2 ПММ-32-1, для високого вакууму в діапазоні тисків від $1 \cdot 10^{-5}$ до 1 Па. Установка оснащена плоским магнетроном з прямокутною титановою мішенню розміром 66×290 мм². Марка титану, який використовувався для виготовлення мішені – ВТ1-0. Гази аргон та азот (марки А) подавались в технологічну камеру після відкачки її до високого вакууму з допомогою системи напуску, яка складалась з редуктора та голчатого натікача. Живлення магнетрону подавалось, як від джерела постійної напруги, що використовується при традиційному магнетронному розпиленні, так і від ТІМ, при цьому за допомогою осцилографа С1-79 осцилографувалась робота магнетрону в імпульсному та стаціонарному режимах, а також знімалися осцилограми роботи ТІМ та газорозрядного магнетронного навантаження. Дані звірялись з розрахунковими, які отримані при моделюванні самого ТІМ та газорозрядних навантажень.

Послідовність технологічних операцій на установці магнетронного розпилення УВН-2М-1 була наступна:

1. Зразки розміщувались на каруселі підкладкоутримувача;
2. Опускався ковпак вакуумної камери, та проводилось її відкачування до тиску не гірше 10^{-4} Па;

3. Через вентиль напуску газу в камеру напускались аргон, а потім азот до робочого тиску, який підтримувався постійним до кінця процесу конденсації;
4. Зразки прогрівались за допомогою ламп розжарювання, при цьому карусель оберталась;
5. На магнетрон подавалась напруга живлення та запалювався розряд. Магнетрон виводився на робочий режим;
6. Карусель розвертали таким чином, щоб зразки опинялись напроти магнетрону. З цього моменту розпочинався процес конденсації на зразок.

2.2. Методики та обладнання для нанесення покриттів при термоіонному осадженні з імпульсним індукційним збудження розряду.

Напилення плівок конденсату Al-O проводилось на установці термоіонного осадження УВН ЭИ.П-17/4, оснащеної форвакуумним насосом НВР – 16Д УХЛ4* ТУ-26-19-001-87 та кріогенним насосом типу 010BK-2000-011. Тиск в вакуумній камері вимірювався за допомогою вакуумметрів типу РВ-2М, для низького вакууму до 1 Па, та ВМБ–14 з манометричним перетворювачем ПММ-32-1, для високого вакууму в діапазоні тисків $1 \cdot 10^{-7}$ до 1 Па з основною відносною похибкою від -40 до $+80\%$ в діапазоні $1 \cdot 10^{-7}$ до $1 \cdot 10^{-1}$ Па. Газ кисень (марки А) подавався в технологічну камеру після відкачки її до високого вакууму (10^{-4} Па) з допомогою системи напуску, яка складалась з редуктора та голчатого натікача. Алюміній високої чистоти марки А-999-ОП випаровувався з водоохолоджуємого тиглю електронним променем потужності 10 кВт. Пари алюмінію і кисню, що напускався в камеру, іонізувалися з допомогою індуктору. Напруга на індуктор подавалась з імпульсного генератору ударного збудження 880кГц з протяжність імпульсів 0,5 мкс або генератору типу ВЧГ4–4/27 ОКП 34.4299.5006, максимальна коливальна потужність якого $4 \pm 0,4$ кВт при робочій частоті $27,12 \pm 0,2712$ МГц ТУ 16–739.301–82. Напилення проводились на

алюмінієві гладкі та формовані фольги для оксидних електролітичних конденсаторів, які відповідають технічним умовам УМО. 045. 428 ТУ [118]. На алюмінієву фольгу подавалася напруга зміщення, рівна -500 В. Водночас з алюмінієвою фольгою проводилося напилення на контрольні пластини монокристалу кремнію марки КЭФ–4,5, з орієнтацією пластин (100). Послідовність технологічних операцій була наступна:

1. Диск-підкладкоутримувач з закрапленими на ньому зразками розміщувався в вакуумній камері;
2. Вакуумна камера відкачувалась до тиску 10 Па;
3. Через вентиль напуску газу в камеру напускався кисень до тиску 100 Па;
4. На підкладкоутримувач подавалася напруга зміщення -500 В, запалювався самостійний тліючий розряд в кисні з струмом 300 мА, зразки оброблялись в ньому 5 хв.;
5. Вакуумна камера відкачувалась високовакуумним насосом до тиску не гірше $4 \cdot 10^{-3}$ Па;
6. Через вентиль напуску газу в камеру напускався кисень до робочого тиску, який підтримувався постійним до кінця процесу конденсації;
7. Вмикався електронно-променевий випарник та виводився на робочий режим;
8. На індуктор подавалася напруга з генератору для збудження розряду, вмикався механізм обертання підкладкоутримувача, на який подавалася робоча напруга зміщення, і відкривалась заслінка та починався процес конденсації.

2.3. Методики дослідження покриттів з розгалуженою поверхнею, отриманих в розряді зі схрещеними полями.

Після напилення зі зразками, отриманими за допомогою магнетронного розпилення та термоіонного осадження були проведені такі дослідження:

3. Дослідження мікроструктури поверхні, покритої конденсатом Al-O проводилось з допомогою растрового електронного мікроскопу JSM-IS845, JEOL, Японія, паспортна роздільна здатність якого – 45 Ангстрем.

4. Елементний склад шарів досліджувався з допомогою приставки рентгеноспектрального мікроаналізу (AN 10000/85S, Link, Англія) до растрового електронного мікроскопу.

5. Структуру покриттів досліджували методом рентгеноструктурного аналізу на дифрактометрі ДРОН-2.0. Дослідження проводилися на контрольних зразках покриття, осадженого на монокристалічні підкладки кремнію.

6. Товщина шарів вимірювалась з допомогою мікроінтерферометра Лінника МІІІ-4, яким дозволяє вимірювати нерівномірності в межах від 1 до 0,03 мкм, з точністю ± 15 нм, що відповідає чистоті поверхні від 10 до 14 класу включно по ГОСТ 2789-51 [119].

7. Ємність та тангенс кута втрат покриттів визначались електро-гальванічним способом з допомогою приладу РМЭ-8 та гальванічної комірки Рис. 2.1. Похибка вимірювання ємності в інтервалі значень 0,01 до 0,1 мкФ не перевищує $\pm 0,03 \cdot C$, де C – ємність, що вимірюється. Похибка вимірювання тангенсу кута втрат покриттів не перевищує $\pm 0,05 \cdot \text{tg} \delta$, де $\text{tg} \delta$ – тангенс кута втрат.

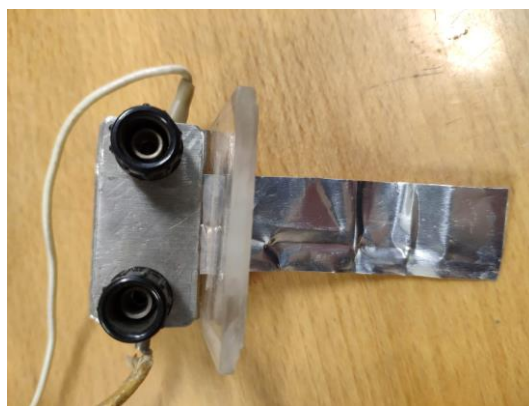
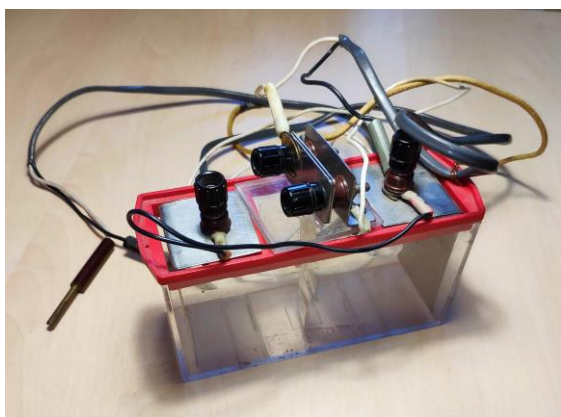


Рис. 2.1. Гальванічна комірка для визначення питомої ємності

На установці ВУП-4 були отримані покриття In-N при роботі МРС, як в імпульсному, так і в постійному режимах. Установка ВУП-4 мала форвакуумний насос НВР – 2Д ГОСТ 14707-69 та дифузійний насосом типу НВД-400, круглий плоский магнетрон з діаметром мішені 10 мм. Вакуумна камера установки відкачувалась до базового тиску $5 \cdot 10^{-5}$ мм.рт.ст. потім в неї напускався аргон

(типу А) та азот до тиску загорання розряду. Тиск в вакуумній камері вимірювався за допомогою вакуумметра типу ВІТ–2, з манометричним перетворювачем ПМТ–2 для низького вакууму до 1 Па, та ПМИ–2, ПММ–32–1, для високого вакууму в діапазоні тисків $1 \cdot 10^{-5}$ до 1 Па. Установка ВУП-4 дозволяла проводити до 6 експериментів в одному технологічному циклі, що значно покращувало відтворення результатів експериментів та усувало вплив на експеримент процесів завантаження підкладок та відкачувань вакуумної камери.

Послідовність технологічних операцій була наступна:

1. Зразки розміщувались на каруселі підкладкоутримувача;
2. Опускався ковпак вакуумної камери, та проводилась її відкачка до тиску не гірше 10^{-4} Па;
3. Через вентиль напуску газу в камеру напускались аргон, а потім азот до робочого тиску, який підтримувався постійним до кінця процесу конденсації;
4. На магнетрон подавалась напруга живлення та запалювався розряд. Магнетрон виводився на робочий режим;
5. Карусель розвертали таким чином, щоб зразки опинялись напроти магнетрону, відкривалась заслінка. З цього моменту розпочинався процес конденсації на зразок.

Під час роботи МРС знімалися осцилограми струмів та напруг з магнетрону та ТІМ за допомогою осцилографу С1–79. Мікроструктури поверхні зразків конденсату In–N, які були отримані в процесі експерименту в імпульсному та постійному режимах, досліджувались за допомогою растрового електронного мікроскопу JSM-IS845, JEOL, Японія, паспортна роздільна здатність якого – 45 Ангстрем.

При моделюванні ТІМ була розроблена бібліотека моделей електронно-променевих комутуючих елементів. Електронно-променеві КЕ розроблялись на основі довідникових даних [120, 121]. Результати моделювання та ідентифікація моделей ТІМ та джерела живлення електронно-променевого випарник співставлялись з осцилограмами та показами вимірювальних приладів, що були оснащені пристрої, які розроблялись.

РОЗДІЛ 3. ДОСЛІДЖЕННЯ РОЗРЯДУ В ІМПУЛЬСНИХ МАГНЕТРОННИХ РОЗПИЛЮВАЛЬНИХ СИСТЕМИ

3.1. Аналіз типів та моделювання технологічних імпульсних модуляторів

3.1.1. Характеристики технологічних імпульсних модуляторів.

Серед імпульсних методів нанесення тонких плівок та покриттів заслуговує особливу уваги способи, де використовується подача імпульсного зміщення на об'єкт, що дозволяє використати традиційне обладнання вакуумної камери (без змін та ускладнень) для термоіонного осадження та застосовується імпульсне живлення для пристроїв напilenня (наприклад, магнетронне розпилення). В першому та наступному випадках основним елементом імпульсної системи являється технологічний імпульсний модулятор (ТІМ), параметри якого визначаються технологічним режимом нанесення тонких плівок і покриттів. В Таблиця 3.1 наведені основні характерні параметри, що задають режим плазмового навантаження.

Таблиця 3.1

Форма вихідних імпульсів напруги	Прямокутна
Полярність вихідних імпульсів	Негативна
Амплітуда імпульсів напруги	0,15 ÷ 20,0 кВ
Тривалість імпульсів	1 ÷ 1000 мкс
Скважність імпульсів	$\geq 1,5$
При частоті повторення	10 ÷ 500000 Гц
Максимальна амплітуда струму	до 1000 А
Середнє значення струму в навантаженні	0,1 ÷ 15,0 А

В [63] розглянуті різноманітні класифікації імпульсних модуляторів. Представляє інтерес класифікація по типу комутуючого елементу.

Робота ТІМ визначається комутуючим елементом (КЕ), що має ряд характерних параметрів. Подібна система параметрів описується в літературі для радіотрансляційної техніки [122].

Розглянемо систему параметрів, що вимагають КЕ ТІМ. Вона включає:

- енергетичні параметри;
- частотно-часові параметри;
- масогабаритні параметри.

Енергетичні параметри визначають гранично-допустимі і номінальні режими роботи КЕ в ТІМ. До них відносяться робочий діапазон імпульсних і середніх струмів та напруг, максимальні струми, напруги і потужності, які розсіюються на комутуючих елементах, внутрішній опір в відкритому стані, коефіцієнти підсилення по напрузі, струму, потужності, а також коефіцієнт корисної дії.

До частотно-часових параметрів відносяться: частота слідування імпульсів, їхня тривалість і скважність, тривалості переднього і заднього фронтів.

Масогабаритні параметри визначають масу і розміри, а також питомі струми і потужності, віднесені до одиниці маси або об'єму.

Енергетичні параметри визначають робочі електричний та тепловий режими системи наплення. Частотно-часові параметри впливають на стимулювання плазмових процесів і тепловий режим. Масогабаритні параметри є не настільки критичними.

В якості КЕ можуть використовуватися електронно-вакуумні, плазмові, напівпровідникові прилади, і також можуть бути використані комутуючі властивості мережі змінної напруги (Рис. 3.1).

Використання комутуючих властивостей мережі значно спрощує схему і покращує масогабаритні параметри ТІМ, але в той же час обмежує діапазон амплітуд, тривалостей і скважностей імпульсів, та є допустимим тільки для певного технологічного режиму.



Рис. 3.1. Комутуючі елементи для технологічних імпульсних модуляторів

В останній час інтенсивно розробляються і виробляються напівпровідникові комутуючі прилади, такі як транзистори і тиристори. Вони мають невеликі габарити, малий внутрішній опір, достатньо великі граничні напруги ($1 \div 3$ кВ), пропускають струми ~ 3 кА і працюють на частотах до 25 кГц. Але напівпровідникові комутуючі прилади вимагають використання систем захисту від імпульсних екстраструмів та перенапружень.

Плазмові КЕ (таситрони, тиратрони) комутують потужність на декілька порядків більші, ніж напівпровідникові комутуючі прилади, тобто $\sim 10 \div 10^2$ МВт. Їх імпульсні струми знаходяться в межах $0,01 \div 100$ кА, а анодна

напруга досягає 100 кВ. Тривалість комутуючих імпульсів знаходяться в межах $10^{-7} \div 10^{-3}$ с, а частота може досягати 1 МГц.

Перспективними також є електронно-вакуумні прилади. Їх можна розділити на електронні лампи, вчасності, що мають пентодні характеристики, лампи з магнітним фокусуванням (інжектрони [123], електронно-променеві вентилі (ЕПВ) [124]). Вихідні вольтамперні характеристики цих приладів близькі до характеристик ідеального джерела струму, тобто вони стійко працюють при дугоутвореннях в плазмовому навантаженні та сприяють гасінню дуг, що важливо при проходженні технологічного процесу. Вони також мають гарні частотно-часові параметри, так тривалість імпульсу може бути знижена до $\sim 0,01$ мкс, а частота слідування збільшується до 100 МГц, при цьому електронно-вакуумні КЕ комутують струми $\sim 1 \div 1000$ А, напруги до 50 кВ, потужність комутації досягає ~ 50 МВт і більш при середній потужності одиниці-десятки кіловат. Але такі показники вимагають спеціальних систем охолодження і розміщення електродів, що впливає на масогабаритні параметрах. Крім того потужність, що витрачається на розжарення, може погіршувати к.к.д. на 10% і більше.

Дуже перспективними є прилади (ЕПВ, пролітні пентоди, тріоди з захисною сіткою, лампи з профільованим катодом, лампи з крупноструктурною сіткою), що дозволяє підвищити к.к.д за рахунок використання режиму рекуперації, фокусування і розподілу електронного потоку, що також дозволяє мініатюризувати самі прилади [125].

При використанні розпилювальних систем, особливо, магнетронних, напруга виникнення і підтримання розряду знаходиться в межах $\sim 600 \div 1000$ В, $400 \div 600$ В, відповідно, амплітуда струму може досягати 100 А і більше. При таких параметрах в ТІМ доцільно застосовувати напівпровідникові КЕ і комутуючі властивості мережі. Якщо ТІМ створює напругу зміщення, то в залежності від необхідних параметрів технологічного процесу можливо застосування всіх чотирьох типів КЕ.

Також потрібно відзначити, що при дослідженні, відпрацюванні та використанні іонно-плазмових технологій можуть миттєво виникати аварійні ситуації в плазмовому навантаженні ТІМ (дугоутворення, коротке замикання), що в свою чергу різко збільшує навантаження по струму та напрузі на КЕ. В таких випадках доцільно використовувати електронно-променеві КЕ, які витримують більш довгострокові перевантаження порівняно з напівпровідниковими КЕ.

З вищезгаданого слідує, що електронно-променеві КЕ найкраще відповідають енергетичним і частотно-тимчасовим критеріям, але значно поступаються по масогабаритним показникам. Також представляє інтерес використання плазмових КЕ, параметри яких подібні до електронно-вакуумних приладів. В випадку використання більш низьких напруг і струмів при протяжностях, які знаходяться в мілісекундному діапазоні, доцільно використати напівпровідникові прилади, що є значно меншими за розмірами [11].

3.1.2. Електронно-вакуумні модулятори

Для реалізації імпульсного живлення магнетронних розпилювальних систем можуть використовуватися різні види модуляторів, котрі відрізняються типом комутуючих приладів та накопичувачів енергії [63]. Найбільш широкий діапазон протяжності та частот слідування імпульсів забезпечують модулятори на електронних вакуумних лампах, які є практично безінерційними комутуючими приладами. Лампи з пентодними характеристиками дозволяють ефективно керувати струмом магнетронних розпилювальних систем і дозволяють подавляти дугоутворення, допускають багаторазові короткочасні перенавантаження. Але недоліком таких модуляторів являється підвищене падіння напруги на лампах в провідному стані. Найменше падіння напруги досягається при роботі ламп в режимах рекуперації енергії електронного потоку на аноді та близьких до них. Найбільш ефективно ці режими реалізуються в лампах електронно-променевого типу зі сфокусованим електронним потоком

(лампах з профільованим катодом, тріодах з захисною сіткою, прольотних пентодах, електронно-променевих вентилях, інжектронах) [26, 27]. В звичайних сіткових генераторних та модуляторних лампах зниження падіння анодної напруги обмежується допустимим тепловим навантаженням екранної сітки, але і в цьому випадку можливо досягти високої енергетичної ефективності лампових модуляторів, для магнетронних розпилювальних систем. А зважаючи на вище згадані позитивні моменти, вони можуть успішно конкурувати з модуляторами, збудованими на інших типах комутуючих приладів.

Електронні лампи, які визначені для роботи з магнетронними розпилювальними системами, повинні мати наступні параметри:

- напруга на аноді – не менше 1 - 2 кВ;
- середній анодний струм – 0,5 - 10 А (визначається потужністю магнетронних розпилювальних систем);
- імпульсний анодний струм – 1 - 100 А (залежить від режиму технологічного процесу).

Для отримання високої енергетичної ефективності модуляторів за рахунок використання режиму рекуперації вибирають модуляторні лампи з підвищеним допустимим навантаженням на сітки з позитивним потенціалом.

Вимоги до коефіцієнту підсилення ламп, їх міжелектродних ємностей не є критичними.

Номенклатура ламп, що випускались та випускаються на даний час досить висока, багато з них задовольняють вищевказані вимоги, тому розробка нових модуляторних ламп, спеціально визначених для роботи з магнетронною розпилювальною системою, не являється першочерговою задачею. Крім того, в більшості випадків для керування ламповими модуляторами можливо використовувати енергетично ефективні напівпровідникові пристрої.

Електронно-вакуумні модулятори з індуктивним накопичувачем енергії для магнетронних розпилювальних систем з відносно низькою робочою напругою (300 - 800 В) [63] мають низький к.к.д. Враховуючи зазначене вище, краще реалізувати наступні варіанти електронно- вакуумних модуляторів:

- модулятори, які підключені безпосередньо до джерела змінної напруги;
- модулятори з ємнісним накопичувачем, який заряджається від випрямлювача-подвоювача напруги мережі;
- модулятори з ємнісним накопичувачем, який заряджається від джерела постійної напруги.

На Рис. 3.2 а) представлена схема живлення магнетронної розпилювальної системи (МРС) від джерела змінної напруги, в якій лампа VL виконує одночасно функцію випрямлювача та модулятора. Тут E_{Π} – джерело живлення підготовчого розряду, R_{Π} – баластний опір [126]. Завдяки пентодній характеристиці лампи в більшу частину напівперіоду реалізується режим живлення від генератора струму. Амплітуда напруги E вибирається величиною 1 - 2 кВ. Максимальний струм (імпульсний та середній) визначається навантажувальною спроможністю джерела змінної напруги.

Схема на Рис. 3.2 б) дозволяє за рахунок двохнапівперіодного випрямлення за допомогою випрямлювача підвищити в два рази середню потужність магнетронних розпилювальних систем та швидкість напилення плівок. Ці два типи можна віднести до пристроїв, які ведені мережею.

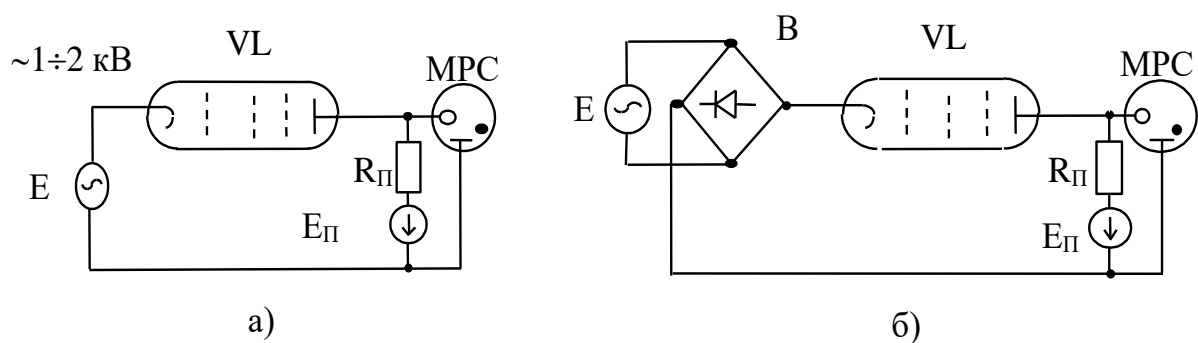


Рис. 3.2. Лампові модулятори на електронно-вакуумних комутуючих елементах з живленням від джерел змінної напруги.

Переваги таких модуляторів – простота схеми та управління. Їх недоліки - невисока енергетична ефективність, частота повторення імпульсів

фіксована та залежить від частоти мережі, а протяжність імпульсів регулюється в вузьких проміжках, максимальний струм магнетронних розпилювальних систем зумовлений допустимим струмом мережі. В [127] пропонувалось підключати магнетронні розпилювальні системи безпосередньо до підвищуючого трансформатору, однак така схема характеризується нестабільною роботою в випадку іскрінь та дугоутворень. Введення в неї модулятора дозволяє уникнути аварійних ситуацій з іскрінням та дугоутворенням і створює додаткові параметри (скважність та амплітуда імпульсів) керування технологічним процесом.

На Рис. 3.3 представлений другий реалізований варіант схеми модулятора, який дозволяє здійснювати безтрансформаторне живлення від трьохфазової мережі [128]. Тут конденсатори $C_{A,B,C}$ виконують функції проміжних накопичувачів енергії та струмообмежуючих елементів для кожної фази, C_H – основний накопичувач енергії. Система СК формує імпульси, які керують лампою VL, в якості котрої можна використовувати тріод, променевий тетрод чи пентод. Зарядна напруга на C_H складає 600 В, тому в схему введене додаткове джерело живлення E_P з напругою 1 кВ. Напругу на екранну сітку можна подавати від основного накопичувача енергії безпосередньо або через дільник напруги. Система СК може бути також під'єднана до екранної чи захисної сітки. Дана схема модулятора призначена для роботи з магнетронною розпилювальною системою, яка має металеву мішень та напругу підтримання розряду 300 - 400 В.

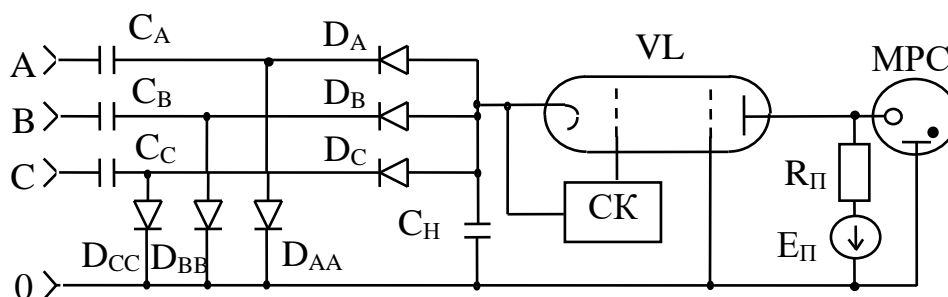


Рис. 3.3. Пентодний модулятор з безтрансформаторним живленням від трьохфазної мережі

На Рис. 3.4 приведено третій варіант модулятора, призначений для роботи з магнетронною розпилювальною системою, яка має підвищену напругу підтримки розряду (що має мішень з матеріалів з високим питомим опором чи, розпилюються при високій температурі). В цьому випадку електрорушійна сила джерела живлення E_A вибирається з урахуванням напруги підтримки розряду (1 - 2 кВ). На схемі, Рис. 3.4 джерело E_A також забезпечує підпал та підтримку підготовчого розряду, коли лампа VL в зачиненому стані. Для цього VL шунтується баластним опором R_{Π} .

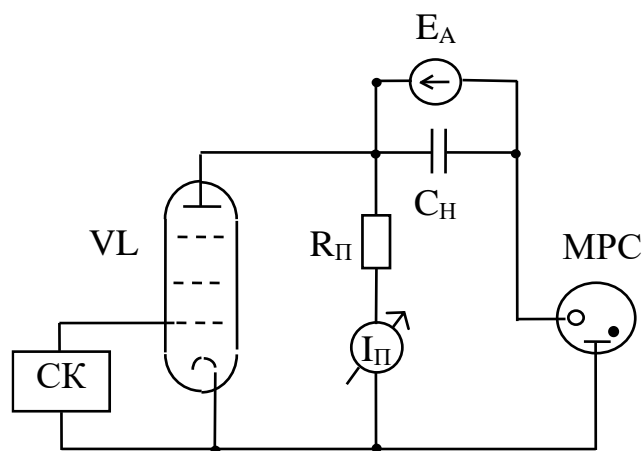


Рис. 3.4. Модулятор для імпульсного живлення магнетронної системи з підвищеною напругою.

Модулятори з ємнісними накопичувачами, які представлені на Рис. 3.3 та Рис. 3.4, забезпечують генерацію імпульсів протяжністю від долей мікросекунд до режиму постійного струму, при цьому частота повторень імпульсів може досягти декількох мегагерц. Лампи VL можуть виконувати не тільки функції приладів, що модулюють, але й регулюють.

3.1.3. Моделювання електронно-вакуумних елементів та технологічних імпульсних модуляторів на їх основі.

Для моделювання ТІМ зручно використовувати пакети схемотехнічних програм таких, як PSpice, ORCAD, MultiSIM, Proteus..., але вони розраховані, в

основному, на напівпровідникові прилади і не маю моделей потужних електронно-вакуумних комутаторів, вчасності потужних ламп, що робить незручним використання їх для моделювання ТІМ з ламповими комутуючими елементами.

В роботі була розроблена бібліотека потужних електронно-лампових комутуючих елементів.

При побудові моделей електронних ламп класично використовують модель еквівалентного діоду [129, 130, 131, 132, 133], де анод лампи (тріоду, тетроду чи пентоду) розташовується на місці керуючої сітки. При цьому ефективний потенціал сітки U_{ef} - це потенціал, який рівний потенціалу аноду еквівалентного діоду, що створюється біля катода системою електродів тріоду, тетроду або пентоду. Для тріоду при потенціалі на катоді рівному нулю для циліндричних електродів ефективний потенціал виражається формулою [129]:

$$U_{ef} = \frac{U_c + D \cdot U_a}{1 + D \frac{\ln \frac{r_a}{r_c}}{\ln \frac{r_k}{r_c}}},$$

де D – проникність керуючої сітки, що визначає ступінь впливу анодного потенціалу на поле біля катода;

U_c – потенціал керуючого електроду;

U_a – потенціал аноду;

r_a , r_k та r_c – радіуси анода, катода і керуючої сітки.

Крім того, формула дещо змінюється при врахуванні впливу просторового заряду на U_{ef} , мається на увазі два граничні випадки, коли густина просторового заряду мала і анодна напруга настільки велика, що просторовим зарядом в області сітка – анод можна знехтувати, та густина просторового заряду значна, і в області сітка – анод її впливом знехтувати неможливо. Струм катода для тріоду можливо вирахувати за допомогою формули [129]:

$$I_k = I_a + I_c = 2,334 \cdot 10^{-6} \cdot \frac{F_a}{r_a \cdot r_c \cdot \beta^2} U_{ef}^{3/2},$$

де F_a , β – є функціями радіусів сіток та довжини електродної системи.

Подібним шляхом вираховуються параметри багатоелектродних ламп. Для пентоду ефективна напруга має вигляд:

$$U_{ef} = \frac{U_{c1} + D_1 \cdot U_{c2}}{1 + D_1 + D_1'},$$

де U_{c1} , U_{c2} – напруги на першій та другій сітках лампи, D_1 , D_1' – пряма та зворотна проникності першої сітки. Анодний струм можна вирахувати за формулою:

$$I_a = \frac{k}{k+1} G(U_{ef})^{3/2},$$

де k – коефіцієнт струморозподілу, G – коефіцієнт провідності, що залежить від геометрії електродної системи.

Таким чином, для визначення анодного струму чи аналітичної побудови сімейства характеристик лампи необхідно знати розміри її електродної системи, проникність сіток та закон розподілу електронного потоку з катоду між позитивно зарядженими сітками та анодом. Деякі з цих параметрів зазначені в довідниках, але конструктивні особливості електродних системи з її розмірами там не вказуються. Крім того електронні лампи з принципово різними електродними системами можуть мати подібні анодні та анодно-сіткові характеристики. Тобто, для створення схемотехнічних моделей потужних електронно-вакуумних ламп доцільніше використовувати данні, що містяться в довідниках. Це графічні зображення середньо-статистичних характеристик, і на їх основі будувати моделі.

Для побудови моделей вакуумних комутаторів з пентодними характеристиками доцільно користуватись експоненціальними або

логарифмічними функціональними залежностями. Побудову такої моделі розглянемо на прикладі ГУ-81М.

Лампа ГУ-81М (Рис. 3.5) представляє собою генераторний пентод з природнім охолодженням та призначена для підсилення потужності в діапазоні частот до 50 МГц [121]. Вона дуже зручна для використання в ТІМ, як КЕ, тому що має досить велику потужність розсіювання на другій сітці – 120 Вт, при 450 Вт розсіювання на аноді лампи, що складає близько 27 %. Тобто ГУ-81М доцільно використовувати в режимі рекуперації та близьких до нього режимах, що збільшує к.к.д. лампи.

Модель генераторного пентоду ГУ-81М (Рис. 3.6) складається з джерел струму GA , $GA1$, $Gc1$ та $Gc2$. $Gc1$ відтворює анодно-сіткову характеристику лампи, а GA – анодну. Функція, що описує роботу $Gc1$, задається таблично, а аргументальний вираз, що стоїть в описання цього джерела струму, і має вигляд

$$f_{Gc1} = U_{c1} - a \cdot (b - U_{c2}),$$

враховує вплив напруги екранної сітки на струм аноду (U_{c1} , U_{c2} – напруги на аноді та екранній сітках, a – коефіцієнт. Він був отриманий за допомогою програми NUMERI.) Джерело струму GA описується експоненціальною функцією вигляду

$$f_{GA} = a \cdot \{1 - \exp[\frac{b - U_a + f(U_{c1})}{c}]\},$$

де U_a , U_{c1} – напруги на аноді та керуючій сітках, a , b , c – коефіцієнти, $f(U_{c1})$ – поліном третього ступеню, що також отриманий за допомогою програми NUMERI. Він введений для того, щоб звести експоненціальні криві анодної характеристики для різних напруг на керуючій сітці в точку, де I_a та U_a дорівнюють нулю.



Рис. 3.5. Зображення лампи ГУ-81М

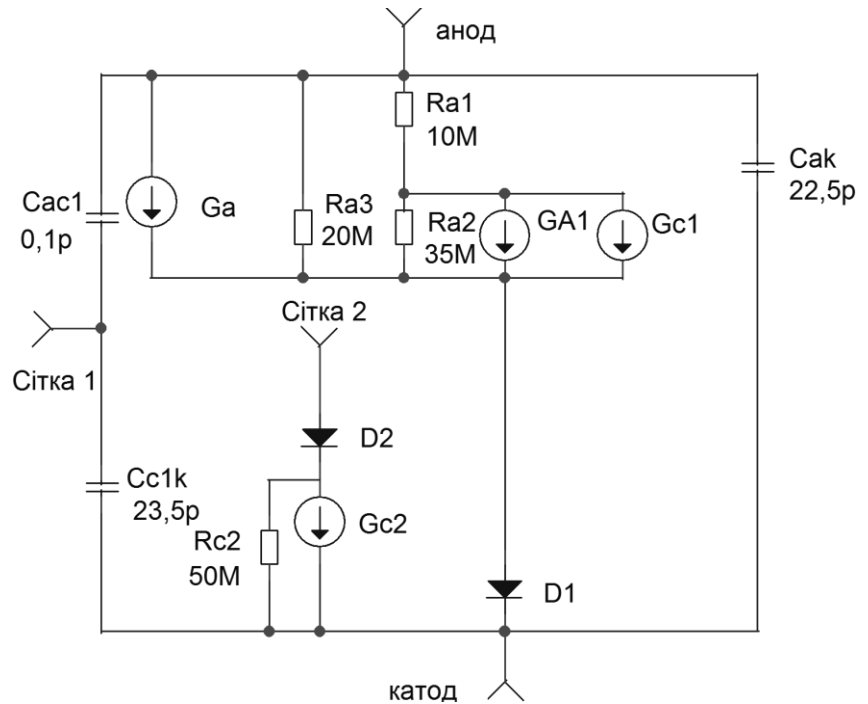


Рис. 3.6. Схемотехнічна модель пентоду ГУ-81М.

Джерело струму GA1 відповідає за зміну нахилу пологих частин анодних кривих та описується виразом

$$f_{GA1} = \frac{U_a}{f(U_{c1})},$$

де $f(U_{c1})$ – поліном третього ступеню, що розрахований за допомогою програми NUMERI та середньо-статистичних анодних характеристик. Резистори Ra1, Ra2 та Ra3 служать для узгодження джерел струму GA, GA1 та Gc1. Конденсатори Cc1k, Cac1 та Cak - вхідна, прохідна та вихідна ємності, відповідно. Діод D1 - відрізає негативний напрямок анодного струму. В цій моделі введено джерело струму Gc2, резистор Rc2 та діод D2, що моделюють струмопроходження через екранну сітку. Джерело струму Gc2 описується виразом тупу

$$f_{Gc2} = \frac{U_{c1} + (U_{c2} - a) \cdot b + c}{U_a + d} + \frac{U_{c1} - n + (U_{c2} - m) \cdot k}{p},$$

де U_a , U_{c1} , U_{c2} – напруги на аноді, керуючій та екранній сітках, a , b , c , d , n , m , k , p – коефіцієнти.

Анодна та анодно-сіткова характеристики, що отримані за допомогою цієї моделі зображена на Рис. 3.7 та Рис. 3.8.

При порівнянні середньостатистичної (взятої з довідника) та змодельованої анодних характеристик (Додаток А) видно, що оптимальний режим роботи моделі знаходиться в області негативних напруг на керуючій сітці, при цьому діапазон анодних напруг повністю перекривається. Максимальна відносна похибка не перевищує 10 %, а при зниженні напруги на керуючому електроді зменшується.

В Додаток А представлена розроблена бібліотека електронно-вакуумних КЕ для схемотехнічного моделювання ТІМ. Вона складається з ламп ГУ-81М, ГУ-53А, ГМ-4Б, ГУ-89А, ГУ-50. Також в Додаток А наведені середньостатистичні довідників анодні характеристики суміщені з отриманими змодельованими характеристиками КЕ.

ГУ-81М – опис представлений вище.

ГУ-53А – потужний генераторний тетрод з водяним охолодженням. Основне призначення, якого підсилення потужності та робота в режимі односмугового підсилення на частотах до 70 МГц [121]. Розроблена схемотехнічна модель має відносну похибку меншу за 20 %, якщо напруга на керуючій сітці буде в межах $-50 \div +200$ В, при анодній напрузі $-1 \div 10$ кВ.

ГМ-4Б – регулюючий тетрод для роботи в потужних високовольтних електронних стабілізаторах напруги в якості регулюючої лампи [120]. Схемотехнічна модель описує не тільки положу ділянку вихідної анодної характеристики, але і початкову, а також змінює нахил кривих при збільшенні напруги на керуючій сітці.

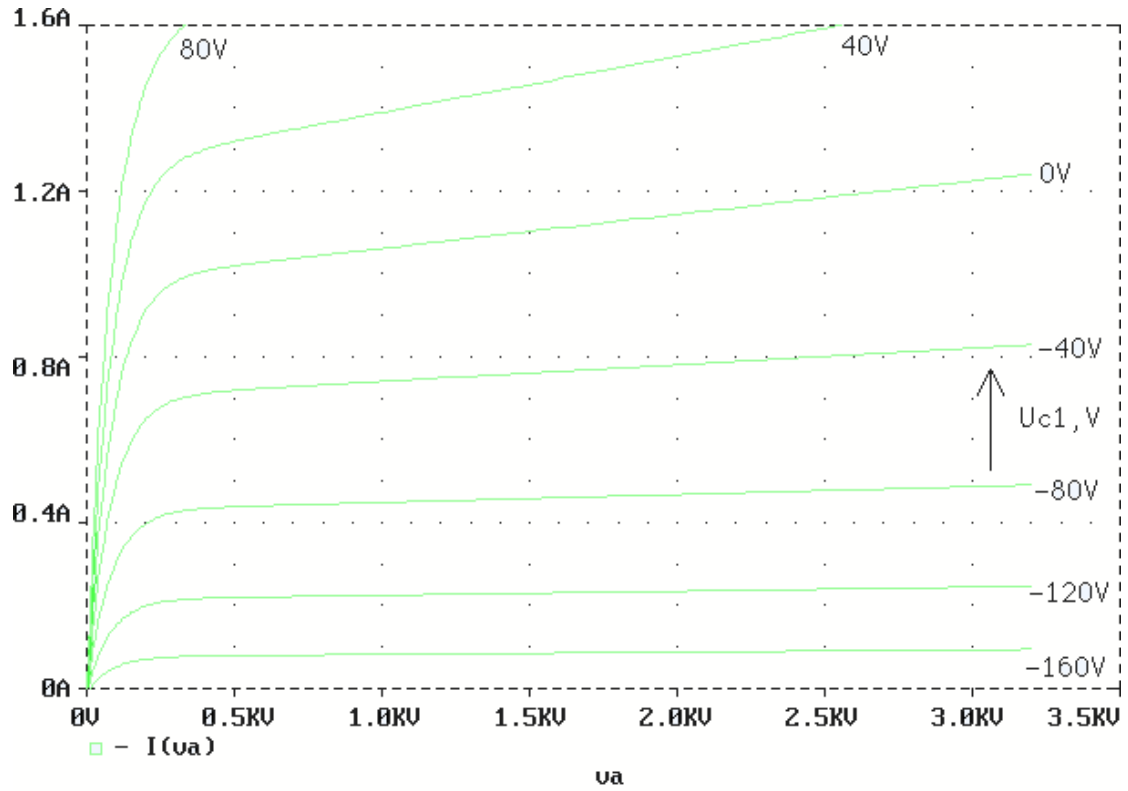


Рис. 3.7. Анодна характеристика моделі пентоду ГУ-81М.

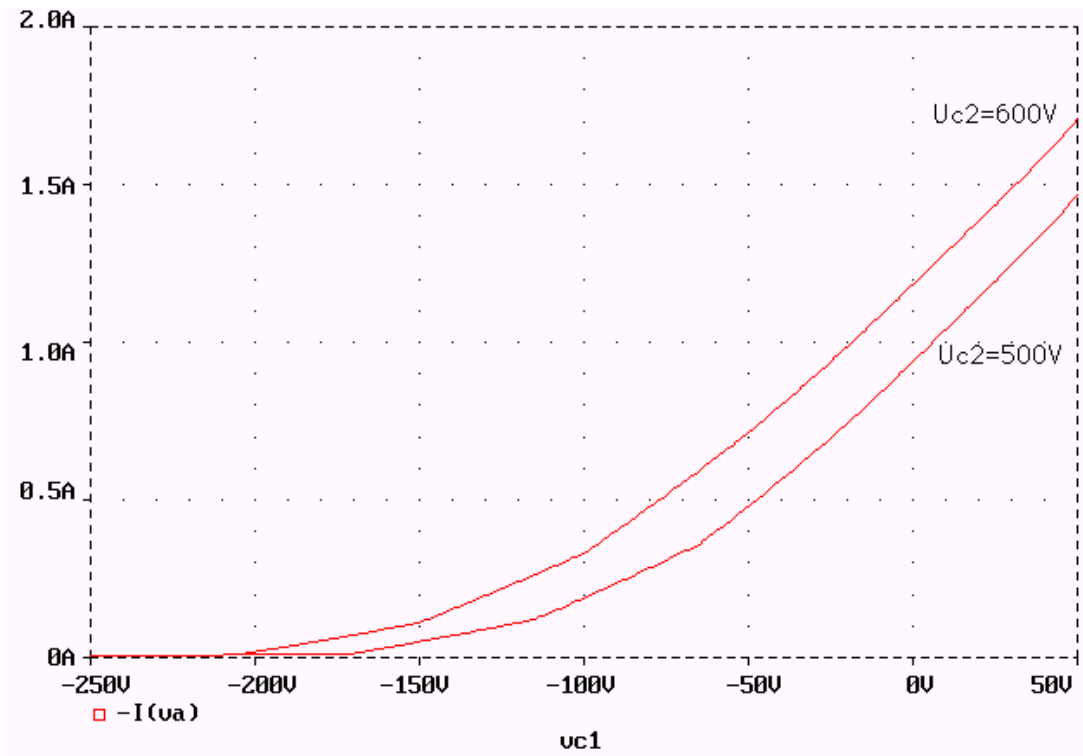


Рис. 3.8. Анодно -сіткова характеристика моделі пентоду ГУ-81М.

Максимальна відносна похибка моделі складає 22%, якщо робоча точка знаходиться у верхній частині характеристики, і значно зменшується поза цією зоною, тобто коли напруга на керуючій сітці приймає від'ємні значень.

ГУ-89А [120] являється потужним генераторним тріодом з водяним охолодженням. Основним призначенням якого є генерування коливань та підсилення потужності в радіотрансляційних пристроях та в промислових генераторах високочастотного нагріву. Генератори на основі цієї лампи можуть використовуватись для запалювання та підтримки ВЧ-плазмового розряду та індукційного ВЧ-нагріву тигля в установках вакуумного напилення. У схемотехнічній моделі ГУ-89А максимальна відносна похибка не перевищує 38 %, причому напруга на сітці повинна знаходитись в межах $-200 \div +300$ В, а напруга на аноді – $0,5 \div 6$ кВ.

ГУ-50 [134] малопотужний генераторний пентод з природним охолодженням може використовуватись в проміжних підсилювачах ТІМ, що стоять перед вихідним каскадом з потужним КЕ. Максимальна відносна похибка схемотехнічної моделі ГУ-50 сягає 30 % при напругах на керуючій сітці ~ -25 В. Рекомендується використовувати модель лампи ГУ-50 при напругах на керуючій сітці та аноді $(0 \div 15)$ В та $(50 \div 200)$ В, відповідно, де відносна похибка не перевищує 20 %.

На основі проробленої роботи з моделювання електронно-вакуумних КЕ можна зробити висновки, що при розробці ТІМ доцільно використовувати електронно-вакуумних КЕ, особливо електронно-променеві, які мають пентодну характеристику. При моделюванні таких КЕ пропонується використовувати для анодної та анодно-сіткової характеристик три джерела струму:

- а) перше описує залежність струму аноду від напруги на керуючій сітці;
- б) друге – за допомогою експоненціальної функції лінію спаду анодного струму;
- в) третє – залежність зміни нахилу від напруги на керуючій сітці.

3. Анодно-сіткові характеристики тріодів рекомендується моделювати за допомогою поліномів, які описують струми через анод та керуючу сітку в залежності від напруги на аноді та керуючій сітці.

4. Точність моделей можна коректувати в тетродах та пентодах за допомогою коефіцієнтів, а точність тріодної моделі покращується за допомогою збільшення степеню поліномів, що моделюють характеристики.

3.1.4. Модель магнетронного газорозрядного навантаження для програм схемотехнічного моделювання.

При розробці ТІМ для імпульсного збудження плазмового розряду, важливу роль відіграють моделі плазмових навантажень. Адже в залежності від навантаження розробляється конкретне технологічне обладнання. Так представляє інтерес модель магнетрона. Магнетрон представляє собою діодний розпилювальний прилад, основною характеристикою магнетрона є його вольт-амперна характеристика (Рис. 3.9)

Спочатку напруга на магнетроні піднімається до напруги виникнення сильнотрумного розряду (відрізок **а**), а далі вона спадає до напруги підтримання сильнотрумного розряду (відрізок **б**), при цьому струм знаходиться в мікромілісекундному діапазоні. На відрізку **с** струм поступово росте і може досягати одиниць-десятків Ампер в залежності від площі мішені, що розпилюється. Таку криву важко моделювати в програмах схемотехнічного моделювання із-за наявності підйому, а потім падіння напруги. Це дає неоднозначність при обчисленні програмою. Залежність являється не монотонною, причому пік в реальних ВАХ магнетронів знаходиться не поблизу робочої точки, а на декілька порядків менше.

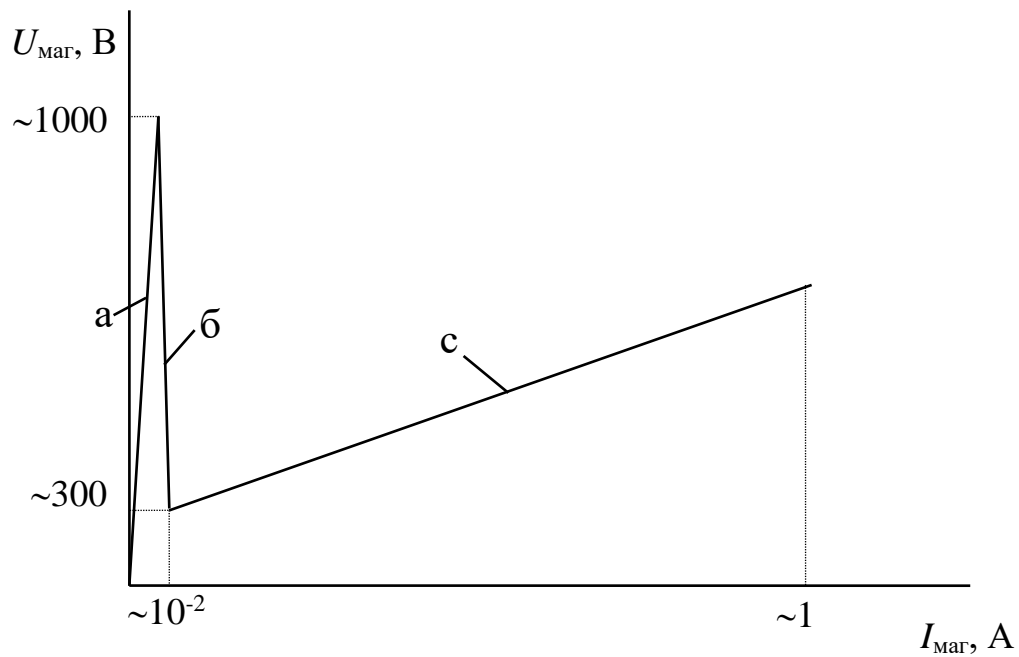


Рис. 3.9. Схематична ВАХ магнетронного розряду

З Рис. 3.9 видно, що кожен окремий відрізок кривої ВАХ магнетрону в загальному вигляді можна з моделювати послідовно з'єднаними джерелом напруги та резистором (Рис. 3.10).

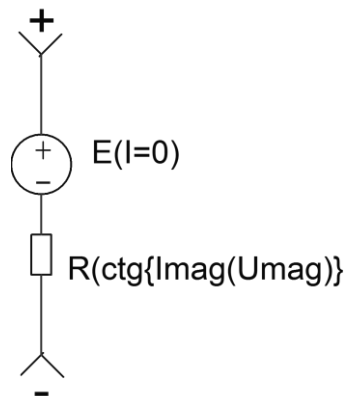


Рис. 3.10. Модель відрізка кривої ВАХ магнетрону для постійного струму.

Величина напруги джерела вибивається рівною напрузі в точці перетину осі $U_{\text{маг}}$ та лінії, що продовжує взятий відрізок ВАХ до цієї осі. Величина опору дорівнює тангенсу кута нахилу відрізка до осі $I_{\text{маг}}$. На графіку ми маємо три таких відрізки. Якщо до цих відрізків послідовно приєднати ключі, що керуються струмом, та ці ланки ввімкнути паралельно, то ми зможемо отримати модель магнетрона. Але дану схему можна спростити, якщо врахувати, що тангенс кута

нахилу відрізка **а** більший за тангенс кута нахилу відрізка **с**, а відрізок **б** можна прийняти за вертикальний, то можна перейти до моделі, зображеної на Рис. 3.11, Додаток Б.

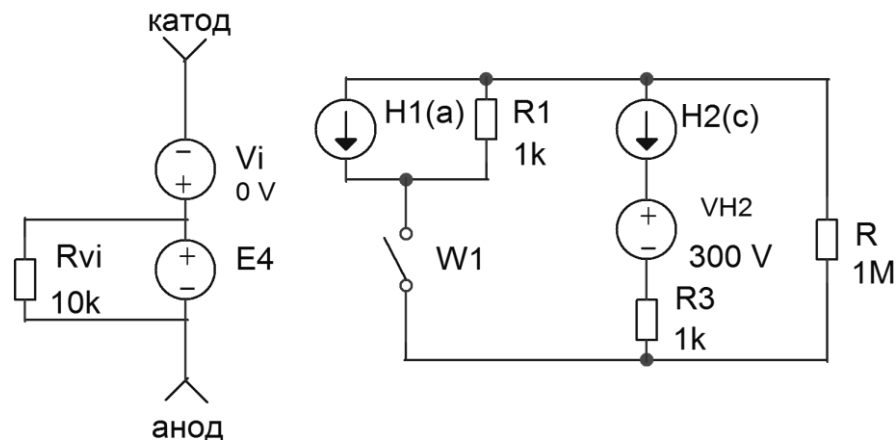


Рис. 3.11. Модель ВАХ магнетрону для постійного струму.

Ланка W1, H1(a), R1 моделює відрізок **а**. Ключ W1 вмикається при струмі, що дорівнює нулю, а вимикається при струмі, що відповідає напрузі запалювання сильнотрумного розряду. При цьому струм починає текти через ланку H2(c), VH2 та R1, яка відповідає відрітку **с**. До цього вона була “закорочена” W1, H1(a), R1. Напруга, що падає на резисторі R, керує джерелом напруги E4.

На Рис. 3.12 зображена ВАХ моделі магнетрону (Рис. 3.11). Вона може бути адаптована до будь-якого магнетрону та режиму його роботи при постійному струмі.

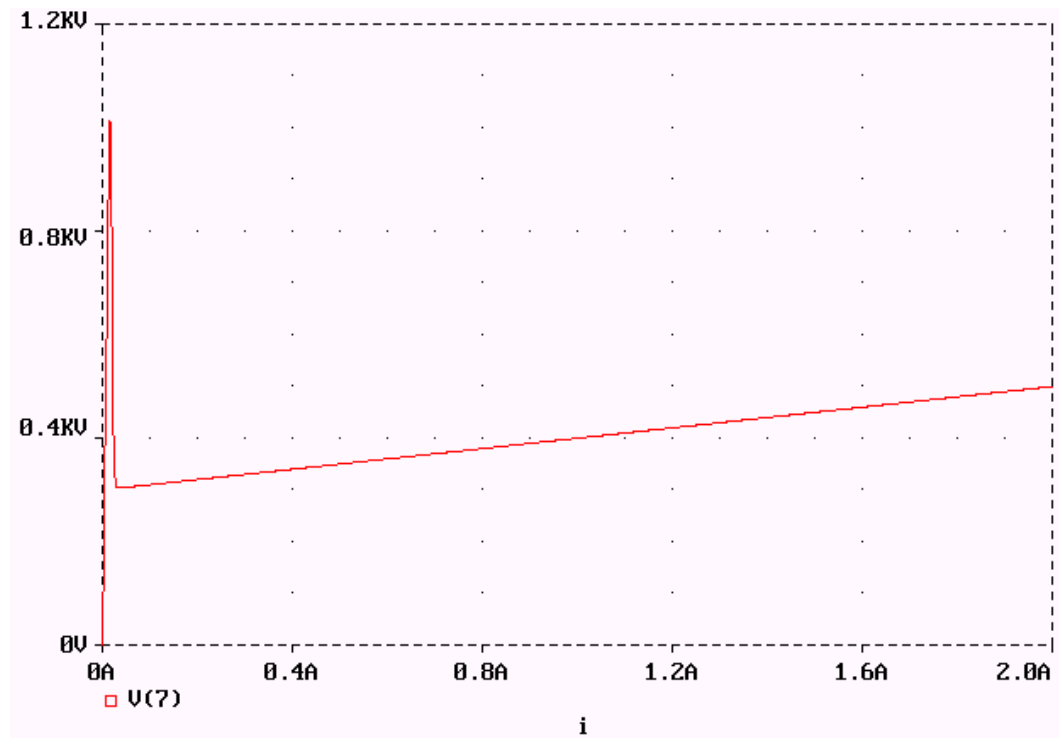


Рис. 3.12. ВАХ моделі магнетрону для постійного струму.

Представлена модель має зворотній зв'язок, що утрудняє її використання в імпульсному режимі в програмах схемотехнічного моделювання. При моделюванні імпульсних режимів можна використовувати модель Рис. 3.10, але при відсутності струму через магнетрон на ньому буде залишатись напруга, що протирічить фізиці газового розряду. Враховуючи вище сказане при розробці ТІМ для моделювання імпульсного магнетрона рекомендується використовувати модель резистору, який має опір, що дорівнює відношенню струму до напруги на магнетроні в робочій точці в режимі провідності.

3.2. Технологічні модулятори для створення імпульсних розрядів в схрещених полях з електронно-променевими комутуючими елементами.

В плазмових технологіях нанесення тонких плівок на вироби мікроелектроніки та в інших технологічних процесах застосовують потужні високовольтні (до 10 кВ) ТІМ, генератори, джерела живлення. Розробка таких технологічних пристроїв має ряд труднощів, на етапі підбору параметрів КЕ та елементів, що його "обв'язують" (встановлюють робочу точку, стабілізують та

узгоджують роботу з іншими вузлами схеми), при експериментальному макетуванні, адже високі імпульсні напруги, сильні струми та високочастотні форми сигналів ускладнюють виміри параметрів звичайними методами. Моделювання в спеціалізованих схемотехнічних пакетах програм полегшує розробку, розрахунок, вибір елементної бази, виявлення аварійних несанкціонованих режимів та відпрацювання роботи при дугоутворенні в плазмовому навантаженні під час розробки пристрою, особливо його високовольтних вузлів.

При схемотехнічному моделюванні використовувалась розроблена бібліотека моделей електронно-променевих КЕ. Були змодельовані ТІМ, джерело живлення електронно-променевого випарника, ВЧ-генератора індукційного нагріву тиглю та збудження плазми.

3.2.1. Схемотехнічна модель технологічного імпульсного модулятора з використанням електронно-променевих комутуючих елементів.

Модель ТІМ (Додаток В) складається з трьох каскадів (Рис. 3.13). Перші два каскади попереднього підсилення виконані на моделі малопотужного пентоду ГУ-50 (Додаток А), а останній високовольтний каскад – на моделі пентоду середньої потужності ГУ-81 (Додаток А). На вхід модулятора подається імпульсний сигнал з імпульсного джерела напруги, аналогом якого може бути напівпровідниковий генератор, наприклад, Г5-54. Далі сигнал підсилювався в першому каскаді, що складався з двох паралельно ввімкнутих ламп VL1 - VL2 за схемою з загальним катодом.

Наступний каскад на VL3 - VL4 – це буферний підсилювач, який також виконано на ГУ-50, тільки за схемою катодного повторювача, щоб підвищити потужність сигналу для вихідного каскаду, комутуючим елементом якого є дві лампи VL1 - VL2 типу ГУ-81. З графіків (Рис. 3.14, Рис. 3.15) перехідних процесів видно, що такий модулятор має на виході струм $\sim 1,7$ А при напрузі вихідного сигналу $\sim 1,7$ кВ, що достатньо для стійкого запалювання магнетронного розряду.

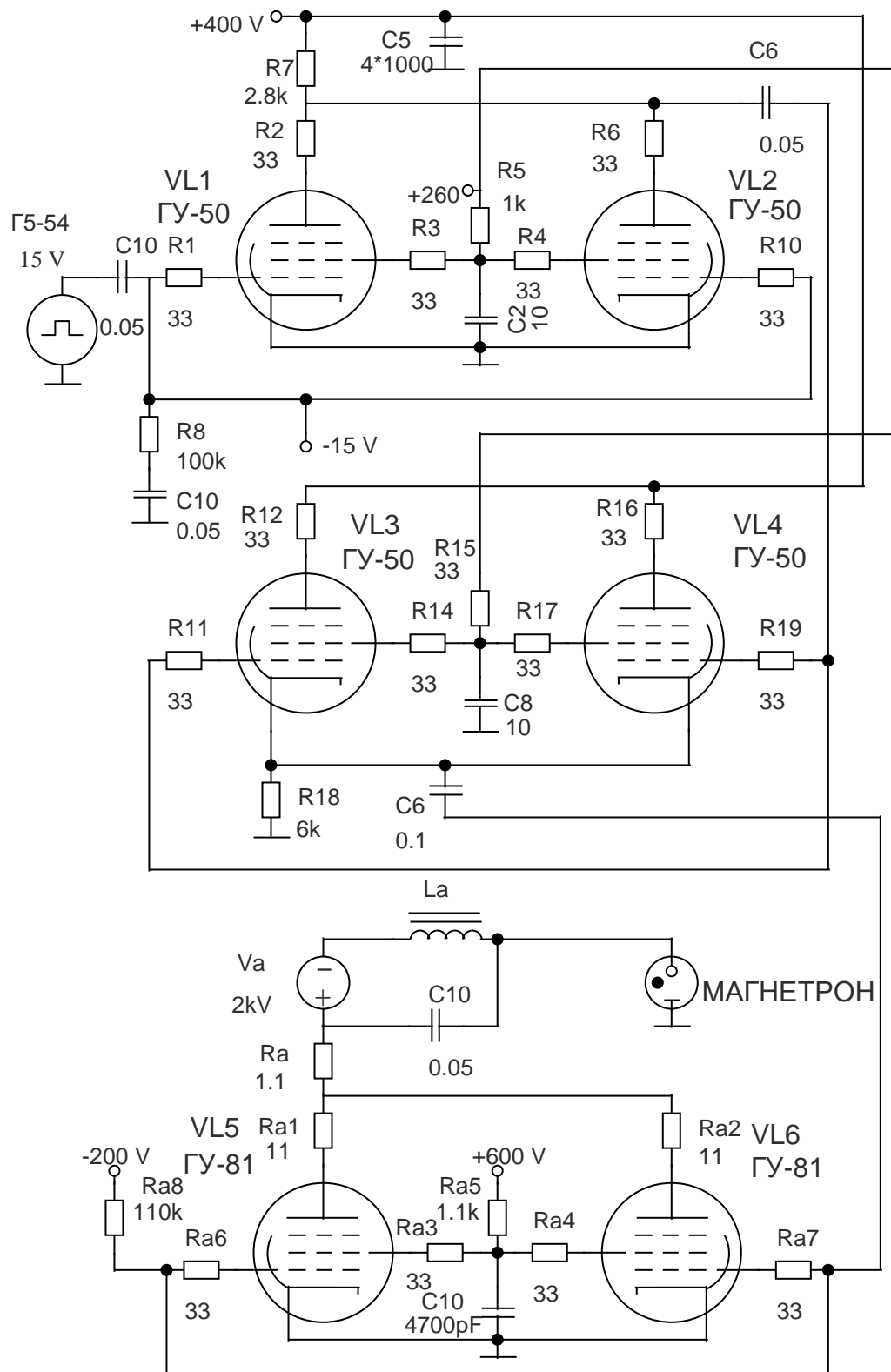


Рис. 3.13. Принципова електрична схема моделі імпульсного модулятора з комутуючим елементом ГУ-81.

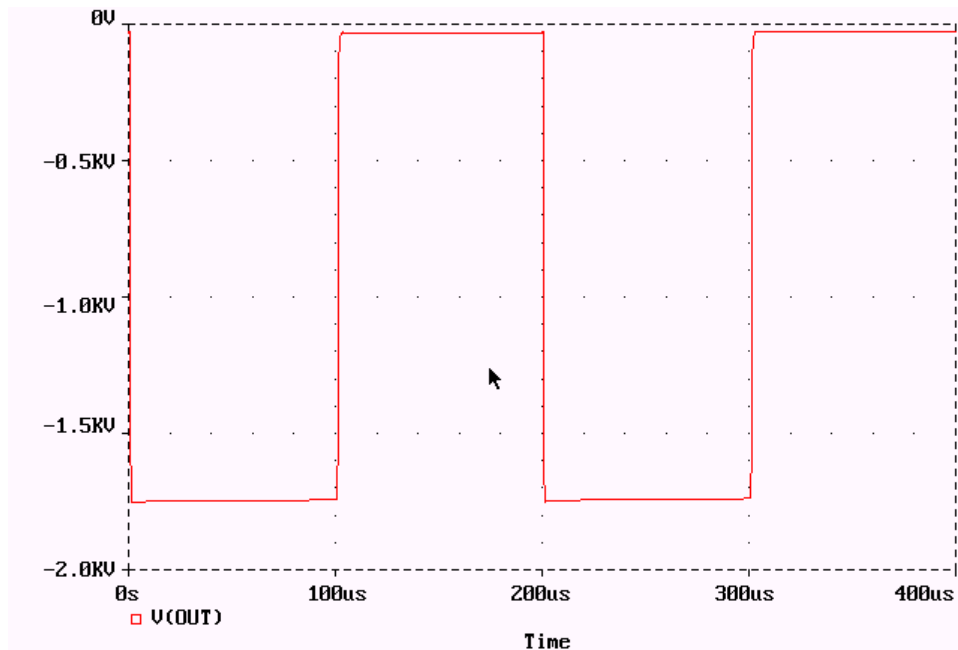


Рис. 3.14. Змодельований графік перехідного процесу вихідної напруги імпульсного модулятора з комутуючим елементом ГУ-81.

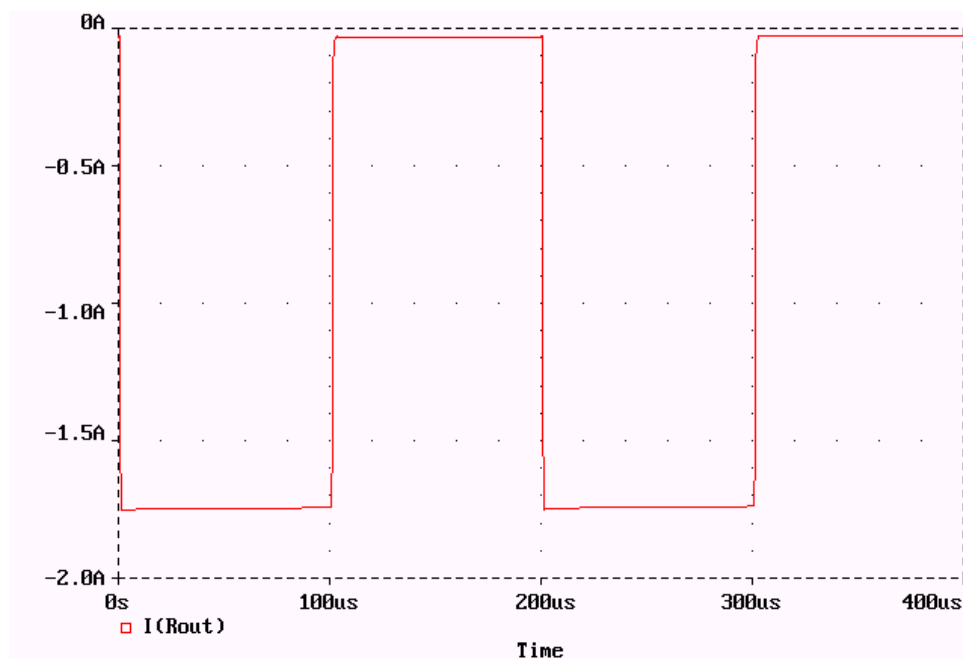


Рис. 3.15. Змодельований графік перехідного процесу вихідного струму імпульсного модулятора з комутуючим елементом ГУ-81.

Окрім того вихідну напругу можна регулювати за допомогою джерела зміщення вихідного каскаду, що дає можливість керувати технологічним процесом, як при магнетронному розпиленні так і при термоіонному осадженні при використанні пристрою, як джерела зміщення. Дана модель особливо перспективна для науково дослідної роботи. Розраховані параметри її вихідного каскаду були використано при створенні ТІМ, в якому для підвищення к.к.д. та зменшення габаритних розмірів попереднє, перед вихідним каскадом, підсилення проводилось за допомогою напівпровідникового підсилювача.

3.2.2. Моделювання потужних технологічного пристроїв з використанням розробленої бібліотеки комутуючих елементів.

Високостабільне джерело живлення електронно-променевого випарника на тетроді ГМ-4Б.

Для нанесення тонкоплівкових покриттів в вакуумному середовищі часто використовують електронно-променеві випарники, напруга прискорення яких звичайно складає 6-10 кВ. При відпрацюванні технології вимагається плавне регулювання, контроль і стабілізація напруги прискорення, а це призводить до значного ускладнення джерел живлення. Традиційно регулювання вихідної високої напруги робиться дискретно, з зупинкою процесу випаровування, або застосовуються лампові стабілізатори-регулятори високої напруги, але вони працюють в вузькому діапазоні регулювання [135, 136, 137].

Плавне регулювання і стабілізація напруги прискорення можуть бути виконані з допомогою тиристорного пристрою з фазовим управлінням, що змінює ефективну напругу первинної обмотки підвищуючого трансформатора. Однак при цьому сильно спотворюється синусоїдальна форма напруги і підвищується коефіцієнт пульсацій. Збільшення пульсацій в свою чергу

призводить до несанкціонованого сканування променю по матеріалу, що випаровується, і до коливань розміру фокусної плями. Тому в джерело такого типу необхідно вводити енергоємну і громіздку систему згладжування (фільтрації) вихідної напруги.

Окрім створення умови стабільної роботи електронної гармати джерело повинно відвертати аварійні ситуації під час технологічного процесу. Подібні ситуації безперервно виникають на практиці із-за пробоїв, іскрового або дугового розрядів в випарнику при попаданні пару в область електронної гармати, викидів мікрокапель металу на траєкторію руху електронів, конденсації пару металів на ізоляторах. Але застосування енергоємних фільтрів сприяє переходу короточасних пробоїв в потужні дуги, що руйнують випарник.

Якщо послідовно з електронною гарматою підключити електронну вакуумну лампу з пентодною характеристикою, то в ланцюзі пробую по наносекундній і мікросекундній шкалам [138] автоматично виявляється підключенням великий динамічний опір лампи, і пробій повинен перерватися. Якщо ж це не відбувається, то завдяки пентодній характеристиці, що близька до характеристики генератора струму, лампа обмежує струм навантаження до заданої величини. Після цього при розвитку тривалого пробую лампа повинна витримувати практично всю вихідну напругу джерела і розсіювати його потужність. Для обмеження останньої лампу необхідно заперти і завдяки цьому перервати струм в навантаженні. Очевидно, що час реакції запирання ланцюга залежить від часу розвитку розрядного явища і повинен знаходитися в мікросекундному діапазоні [22].

Характеристики тетроду ГМ-4Б дозволяють вважати його найбільш підходящим для використання в якості елемента регуляції та стабілізації [120].

На початковій стадії розробки джерела за допомогою спеціалізованої програми була створена модель його високовольтної частини, що значно полегшило та спростило подальші етапи розробки.

Модель високовольтної частини джерела (Рис. 3.16 та Додаток Г) складається з високовольтного трансформатора Тр1, висока напруга з якого

подається через два з'єднаних паралельно моста Ларіонова на буферний конденсатор C12. До позитивного виводу C12 під'єднується анод лампи ГМ-4Б, а до негативного через баластний опір R10 під'єднується опір, що емітує навантаження (електронну гармату). На керуючу сітку C1 лампи X1 подається сигнал управління з підсилювача потужності, зібраного на транзисторах QT1-QT2, на вхід якого подаються сигнали через діоди D1, D2 з диференційного підсилювача. На диференційний підсилювача каналу зворотного зв'язку для стабілізації високої напруги, зібраного на QT3-QT4, подається сигнал пропорційний напрузі на навантаженні, знятий з ділянки R11-R12. На транзисторах QT5-QT6 зібраний диференційний підсилювача каналу зворотного зв'язку по струму, що реагує на перевищення струму вище 1 А. Струмовий сигнал, що знімається з резистора R20, під'єднаного послідовно з лампою і навантаженням. Для моделювання схеми були використані стандартні моделі елементів схемотехнічної програми та самостійно розроблену модель лампи ГМ-4Б.

Під час технологічного процесу можуть виникати аварійні ситуації, пов'язані з дугоутворенням і короткими замиканнями в навантаженні, тому для перевірки стійкості роботи схеми паралельно резистору “електронна гармата” приєднувався комутуючий елемент, що моделював роботу електронної гармати в режимі короткого замикання. Час спрацьовування схеми, яка моделювалася, не перевищує 0,012 мкс, що достатньо для самоусунення електричного пробоя. Надлишок напруги, що виникав під час короткого замикання, падав на електронній лампі. Анодні характеристики лампи (Додаток А) показують, що вона на горизонтальній ділянці працює як ідеальне джерело струму, отже, при збільшенні напруги струм через неї і відповідно навантаження зросте незначно, що сприятиме також самогасінню дугового розряду.

З допомогою даної високовольної моделі можна оцінити характеристики лампи як виконавчого елементу електронного фільтру для згладжування пульсацій вихідної напруги. При цьому був отриманий коефіцієнт пульсацій

менш 0,3 %, реально виміряний коефіцієнт пульсацій вихідної напруги був не більше 0,01 % [16].

Використання розробленого джерела з плавним регулюванням вихідної напруги прискорення, що здійснюється тиристорним регулятором, і стабілізації її з допомогою прохідної електронної лампи, дозволило ефективно регулювати і стабілізувати параметри процесу напilenня, а також підвищити його відтворюваність.

Фото реально зробленого джерела живлення для електронно-променевого випарника на номінальну потужність 10 кВт та максимальний струм навантаження 1 А відображено на Рис. 3.17.

Приклад моделювання потужного технологічного генератору для процесів, ВЧ-нагріву, ВЧ-збудження плазми наведено в Додаток Д. Він створений за схемою блокінг-генератору, в якій використана розроблена модель потужного тріоду ГУ-89А (Додаток А). Подібні розрахунки з використанням спеціалізованих схемотехнічних програм значно полегшує підбір елементної бази та режимів генераторних систем.

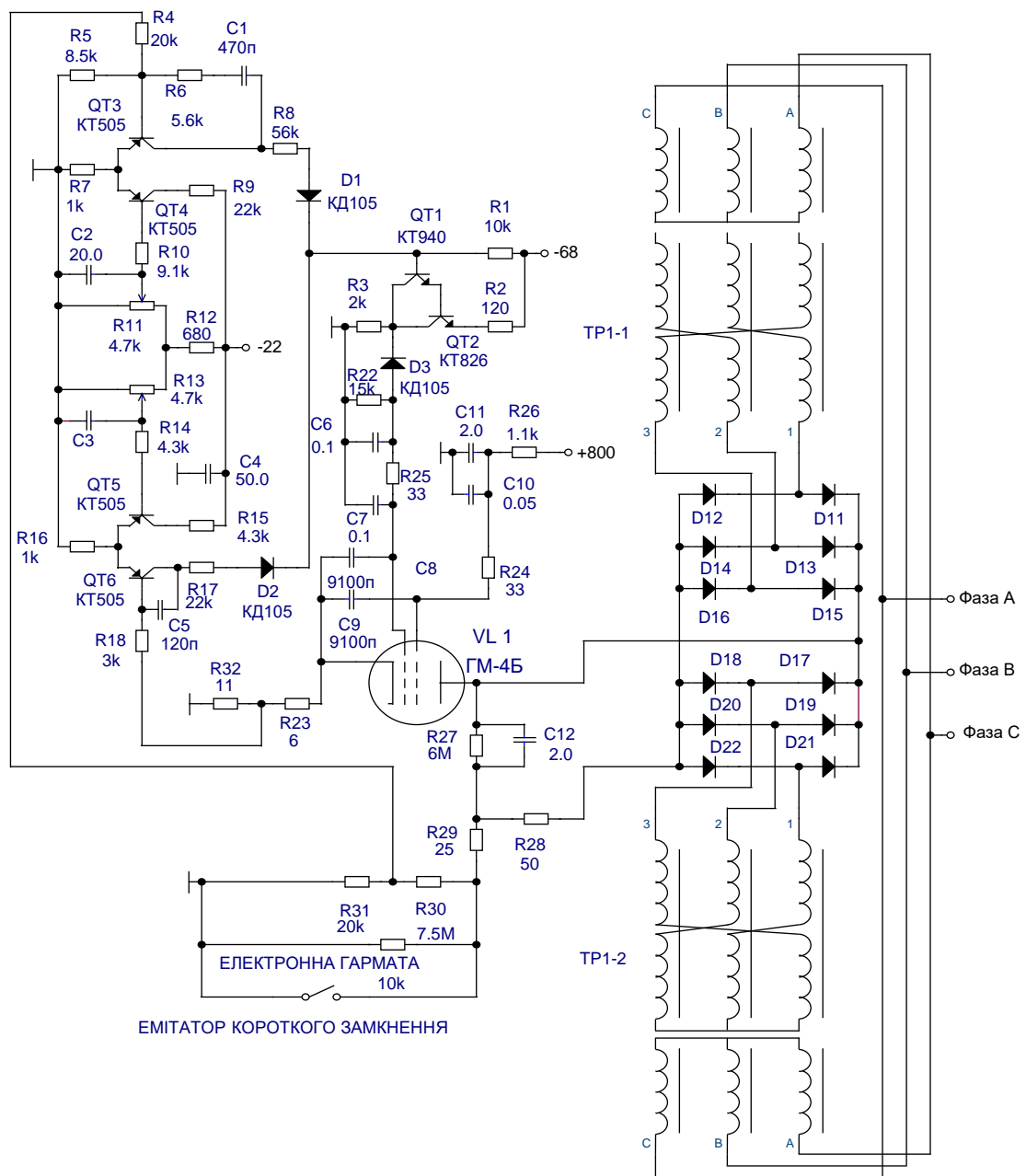


Рис. 3.16. Електрична схема моделі високовольтної частини джерела живлення електронно-променевого випарника

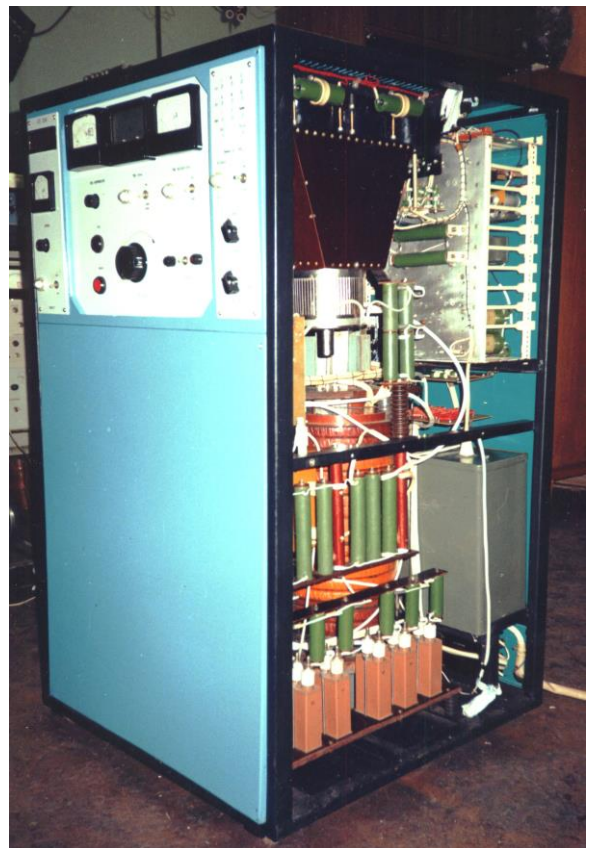
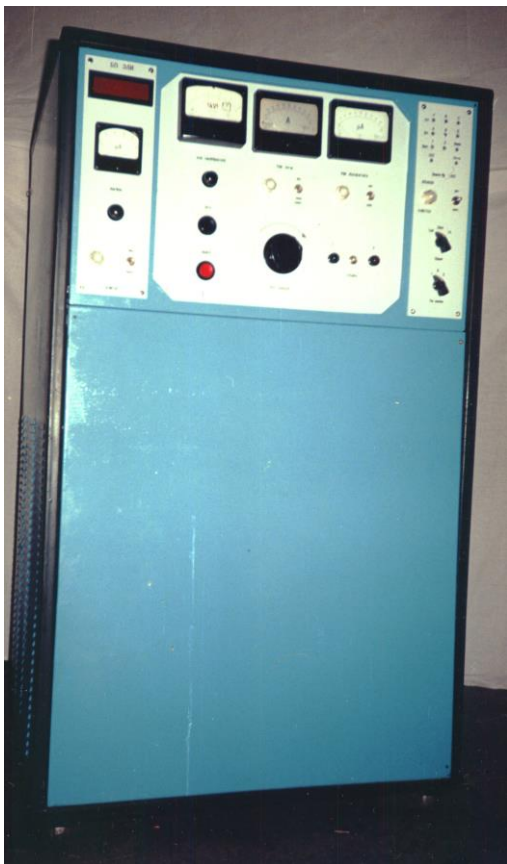


Рис. 3.17. Джерело живлення для електронно-променевого випарника на номінальну потужність 10 кВт та максимальний струм навантаження 1 А

3.3. Характеристики розряду імпульсних МРС

3.3.1. Імпульсні модулятори для дослідження імпульсного магнетронного розряду.

Для вивчення явищ виникнення та розвитку імпульсного розряду в схрещених полях, його квазістаціонарного і післярозрядного періодів та їхнього впливу на нанесення покриття при магнетронному розпиленні, були розроблені декілька типів ТІМ на електронно-променевих КЕ в парі з ємнісним накопичувачем енергії, зручних для використання в дослідницькій роботі.

На Рис. 3.18 зображено спрощену принципову електричну схему ТІМ, розробленого для дослідження імпульсного магнетронного розряду. КЕ її є дві паралельно з'єднані лампи ГУ-81М, що ввімкнені послідовно з магнетроном, та джерелом анодного живлення Еа. Імпульси, що генеруються генератором Г5-54, підсилюються напівпровідниковим підсилювачем на DD1, VT1-VT3 і через C10 подаються на керуючі сітки електронно-вакуумних ламп. Джерело Ес1 служить для подачі зміщення, як в імпульсному режимі роботи, так і в режимі постійного струму магнетрону, що дозволяє відпрацьовувати та порівнювати різноманітні режими роботи МРС. Паралельно до КЕ ввімкнено ланцюжок резисторів R5 та R12, для підтримки слабострумного підготовчого розряду та вимірювання величини його струму. Діючі значення струмів, що проходять через екранні сітки ламп та магнетрон, вимірюються за допомогою ланцюгів R16-R17-C7 та R6-R7-C3, відповідно. В приладі існує можливість вимірювання за допомогою осцилографа імпульсні сигнали напруги на магнетроні, анодах ламп, керуючих сітках, а також сигнал струму через магнетрон. З цією метою спеціально було розраховано ділянки напруги C5-C6-R13-R14, C1-C2-R1-R2, C8-C9-R18-R19, відповідно, сигнал струму знімався з резистору R15.

Аналогічний пристрій було розроблено для шести ГУ-81М (Рис. 3.19).

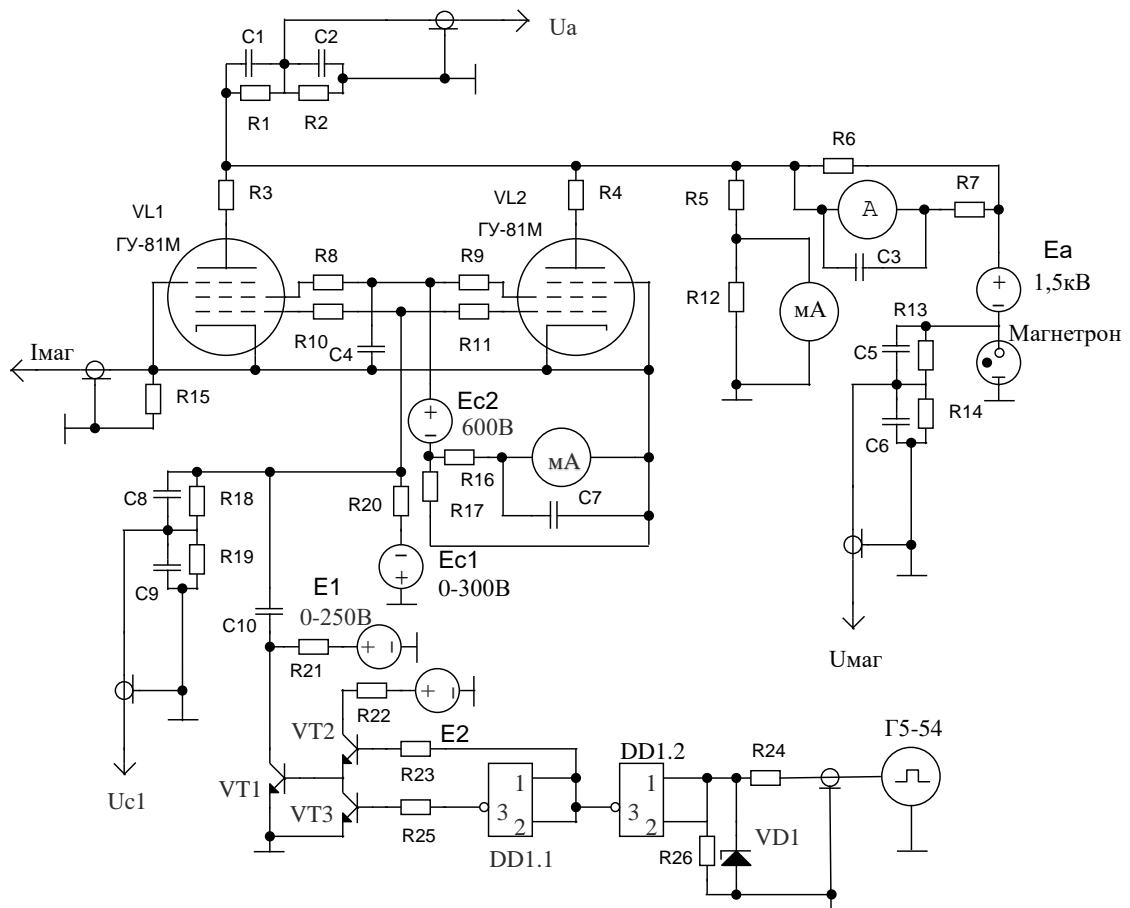


Рис. 3.18. Спрощена принципова електрична схема ТІМ з вихідним каскадом на двох електронно-вакуумних КЕ.

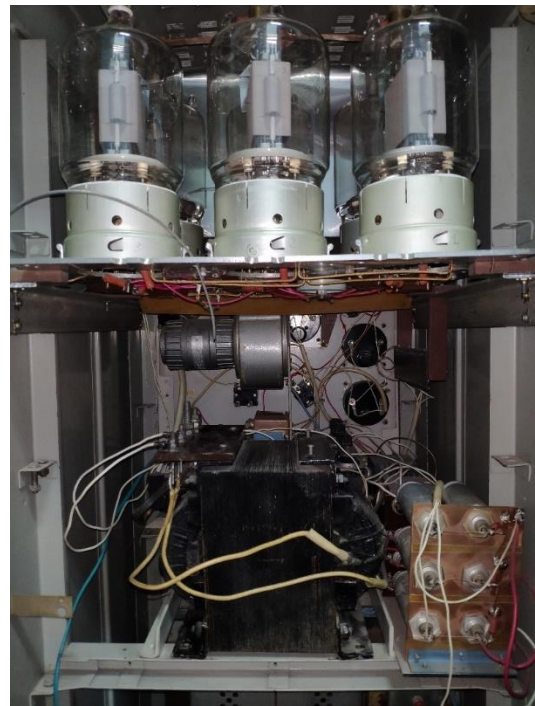


Рис. 3.19. ТІМ з вихідним каскадом на шести електронно-вакуумних КЕ.

Також було створено ТІМ (Рис. 3.20) на 6 електронно-вакуумних КЕ з безтрансформаторним живлення. Трьохфазна напруга мережі живлення подавалась на подвоювач напруги D1 - D6, C1 - C4, в якому конденсатор C4 являється ємнісним накопичувачем енергії. Падіння напруги на ньому становило 616 В. В схемі було паралельно з'єднано 6 однакових блоків, що представляють собою лампу ГУ-81М з ланцюгами, які забезпечують подавлення паразитного самозбудження (C5, R1 - R3). Блок з 6 ламп був ввімкнений послідовно через вимірювальний опір R6 з магнетроном. Керування комутуючими елементами відбувалось за допомогою генератору та джерела постійної напруги E, які були з'єднані послідовно, що дозволяло працювати магнетрону, як в імпульсному режимі, так і в режимі постійного струму. Одночасно на магнетрон з джерела живлення E2 подавалась напруга для підтримки слабострумного підготовчого розряду. Схема була оснащена амперметрами для вимірювання діючого значення струму через магнетрон та екранні сітки ламп. Для одночасного спостереження за імпульсами напруги та струму була спеціально розроблена схема, що включала дільник напруги R4 - R5, C8 - C11 для осцилографування напруги на магнетроні, імпульси струму через магнетрон знімалися з резистору R6. При цьому загальний (екранний) провід знаходився під високим потенціалом магнетрону. За допомогою цієї схеми вдавалось досягати струму ~ 4 А в імпульсі, хоч даний тип ламп дозволяє отримувати по 1 А на лампу, тобто ~ 6 А для 6 ламп. Це пояснюється роботою ламп в режимі рекуперації, що підвищує к.к.д., але зменшує пропускну здатність ламп по струму.

Модулятор зібраний по схемі Рис. 3.18, навантажувався: активним опором 1,6 кОм, послідовно з'єднаними активний опір 400 Ом та магнетрон з титановою мішенню, яка має низький опір, та з мішенню типу РТР 2425, яка має високий опір.

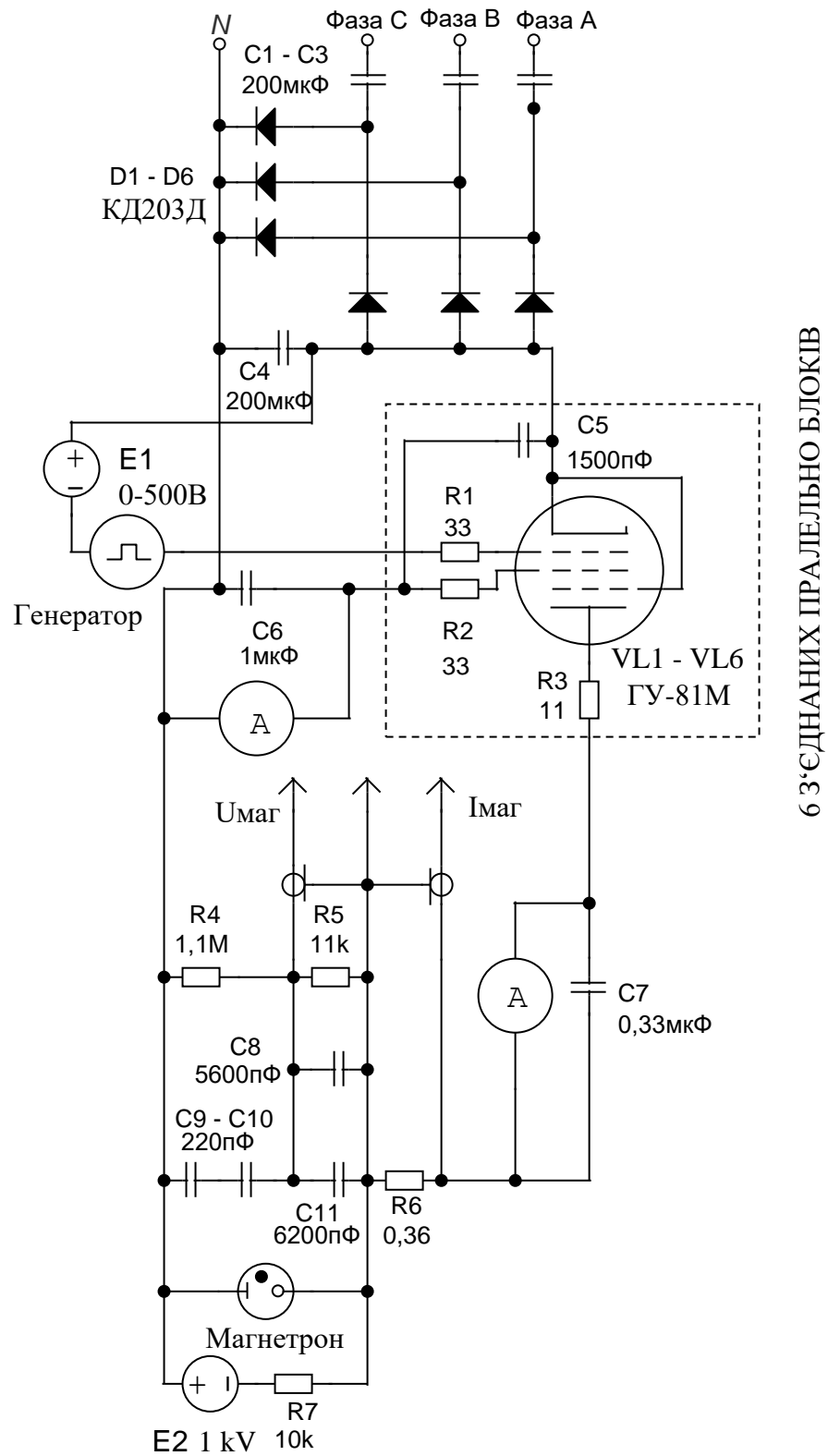


Рис. 3.20. Принципова електрична схема безтрансформаторного ТІМ.

В процесі дослідження проводились вимірювання середніх струмів анодів та екранних сіток, струм підготовчого розряду, а також знімалися осцилограми напруг на керуючих сітках (U_{C1}), анодах (U_a) та навантаженні (U_H) і струму через навантаження (I_H). При цьому використовувались частоти подачі імпульсів близькі до 500 Гц, 5 кГц, 50 кГц при скважності ≈ 2 . На Рис. 3.21 представлені осцилограми зазначених напруг при різних навантаженнях при вказаних частотах, відповідно. Осцилограми для опору 1,6 кОм показані хрестиками, осцилограми для послідовно з'єднаних опору 400 Ом та магнетрону з титановою мішенню показані суцільною лінією, осцилограми для послідовно з'єднаних опору 400 Ом та магнетрону з мішенню типу РТР 2425 показані крапками.

З осцилограм напруги U_H видно, що в навантаженні проходять складні плазмові процеси при імпульсній зміні напруги живлення магнетрона. Так при подачі негативного імпульсу напруга спочатку різко зростає до величини виникнення сильнотрумного розряду, а далі вона спадає до величини його підтримки. При закінченні негативного імпульсу сильнотрумний розряд припиняється, а слабострумний розряд не може існувати в звичайному вигляді, бо в об'ємі є надмірна концентрація іонізованого газу. Це приводить до нульової напруги на катоді. Далі надлишок іонів спадає через рекомбінацію, і загорається слабострумний розряд, який горить до появи негативного імпульсу, при цьому на навантаженні встановлюється напруга підтримки даного розряду.

З осцилограм видно, що чим більш високоомна мішень, то тим краще вона може бути апроксимована активним опором, що спрощує схемотехнічне моделювання плазмового навантаження.

Аналогічні осцилограми були отримані і при роботі 6-лампового модулятора (Рис. 3.20).

Основним недоліком схем з електронно-променевим КЕ є значне падіння напруги на них ($\sim (50 - 400) \text{ В}$) в відкритому стані, але при цьому, як показує досвід роботи з плазмовими навантаженнями, вакуумні КЕ стійко працюють в режимах коротких замикань та сприяють гасінню дуг.

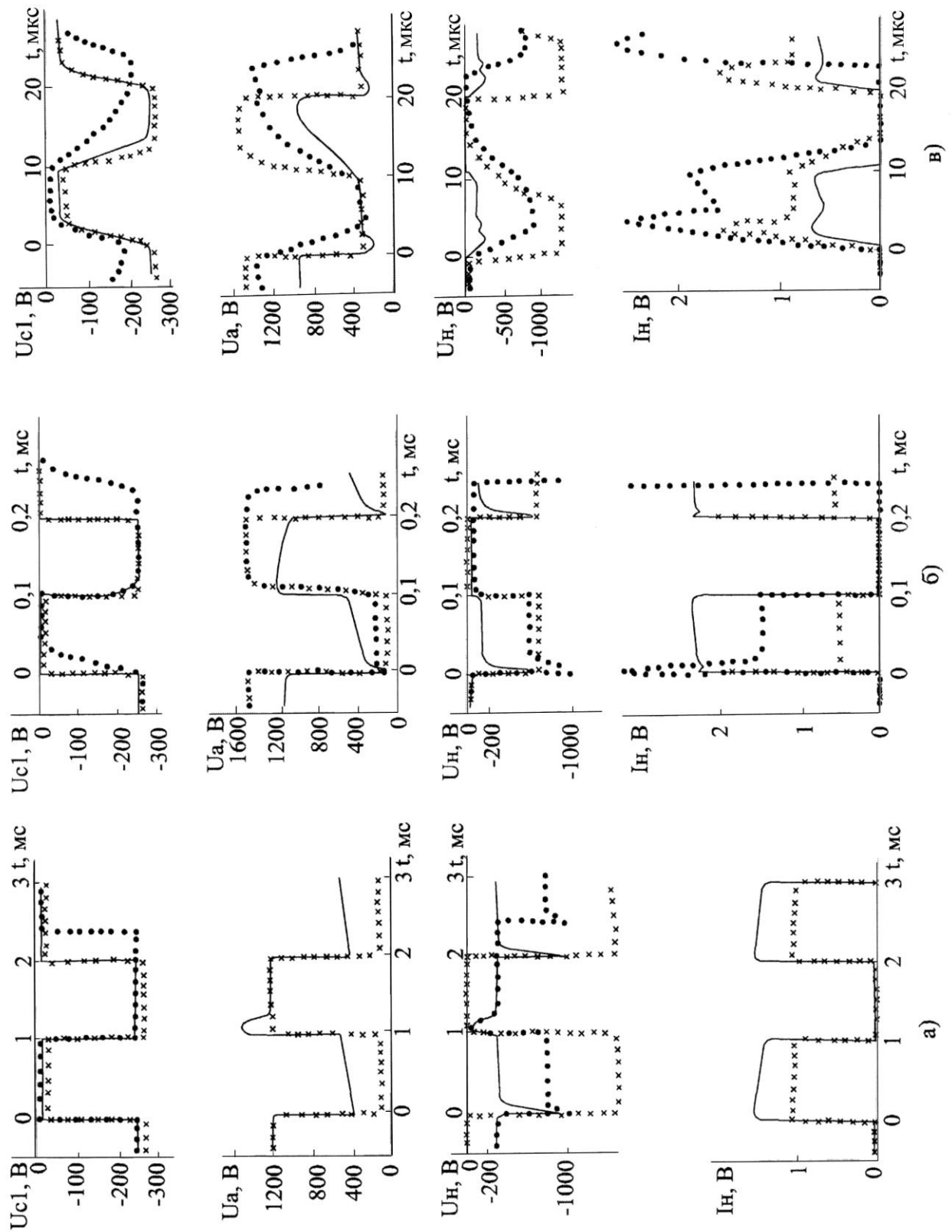


Рис. 3.21. Осцилограми роботи імпульсної МРС для навантаження: \times – активний опір 1,6 кОм, — - активний опір 400 Ом, послідовно з Ті мішенню магнетрону, • - активний опір 400 Ом, послідовно з високоомною мішенню магнетрону типу РТР 2425.

3.3.2. Коливні процеси слабострумного розряду в схрещених полях розпилювальної системи.

Для стійного виникнення сильнострумного імпульсного магнетронного розряду без статистичної затримки в імпульсних МРС застосовуються допоміжні джерела підтримки слабострумного (або підготовчого) розряду, який використовується для попередньої іонізації робочого газу. В залежності від тиску розряд може набувати стаціонарної форми, або з регулярними коливаннями. Аналогічні коливання можуть виникати в релаксаційних генераторах на газорозрядних лампах [139].

Ідеалізована вольт-амперна характеристика магнетронного розряду зображена на Рис. 3.22. З неї видно, що для стійкого виникнення сильнострумного розряду напруга між електродами повинна піднятися до величини ~ 1000 В, при цьому напруга спадає до $200\div 600$ В. Таким чином, джерело живлення МРС зручно розділити на два джерела, перше з яких буде запалювати та підтримувати слабострумний підготовчий розряд при струмі $20\div 50$ мА та напрузі більше 1000 В, а інше основний робочий сильнострумний з струмом $1\div 100$ А і напругою $200\div 600$ В [28, 24]. Слабострумний розряд здійснює початкову іонізацію газу в об'ємі для стійкого запалювання сильнострумного розряду. Значення підготовчого розряду зростає при імпульсній роботі МРС. Адже при роботі в режимі постійного струму достатньо утворити початкову іонізацію газу, а далі високовольтне слабострумне джерело живлення можна вимкнути. При роботі в імпульсному режимі зазвичай потрібно постійно підтримувати іонізацію газу, яка достатня для стійкого переходу в сильнострумний низьковольтний розряд.

Для дослідження режимів горіння підготовчого розряду була використана МРС з плоским прямокутнім магнетроном, що мав алюмінієву мішень. На Рис. 3.23 зображена спрощена схема живлення магнетрона в режимі горіння слабострумного розряду. Вона складається з високовольтного джерела живлення $E \sim 1$ кВ, струмообмежуючого опору R_C та магнетрону, які з'єднані послідовно. Опором задається робоча точка магнетрону. Розряд стабільно горить при

$R_C \sim 10 \div 20$ кОм зі струмом $50 \div 80$ мА при тиску Ar в камері $(3 \div 9) \cdot 10^{-3}$ Торр, що відповідає верхньому правому куту (зона III) Рис. 3.22, де зображена залежність розрядного струму від тиску в вакуумній камері. На Рис. 3.22 виділяється три зони: зона I - зона зриву коливань та відсутності розряду, зона II - зона розряду з регулярними коливаннями, зона III - зона стійкого горіння розряду. Кружечками зображені точки, в яких з'являються регулярні коливання при підвищенні тиску, трикутниками – точки зникнення розряду при пониженні тиску [19].

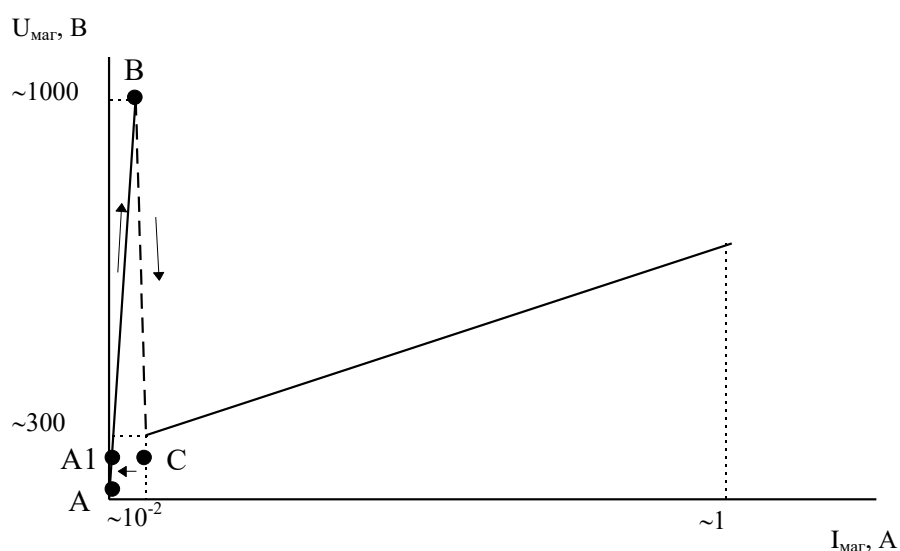


Рис. 3.22. Ідеалізована ВАХ магнетронного розряду.

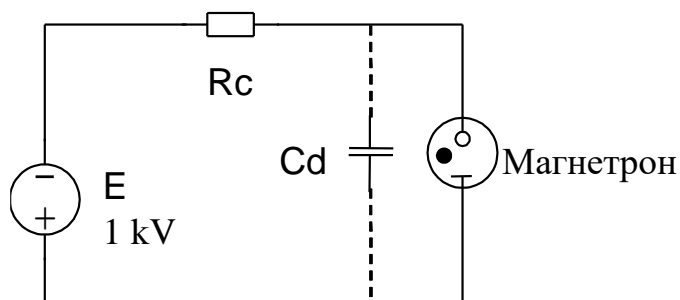


Рис. 3.23. Спрощена схема живлення магнетрону в режимі горіння слабострумного розряду.

На Рис. 3.25 зображені типові осцилограми напруг та струмів підготовчого розряду МРС. При аналізі осцилограм виявлено, що при зменшенні тиску

амплітуда та період коливань напруги збільшується з одночасним зменшенням постійної складової. Так амплітуда напруги на магнетроні в залежності від величини струмообмежуючого опору може сягати ~ 650 В при цьому період коливань збільшується, а амплітуда струму може сягати $\sim 1,6$ А. В деяких режимах на катоді виникає позитивна напруга до 40 В на час до 10 мкс. В таких випадках можливе розпилення камери та її оснастки. Аналогічна тенденція зберігається при зменшенні напруги джерела живлення та збільшенню струмообмежуючого опору.

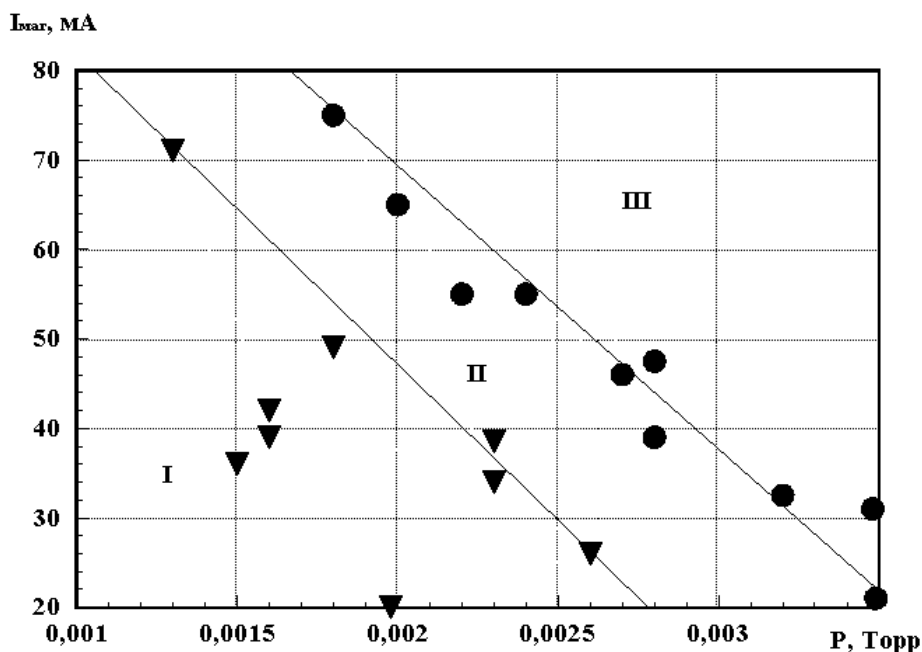
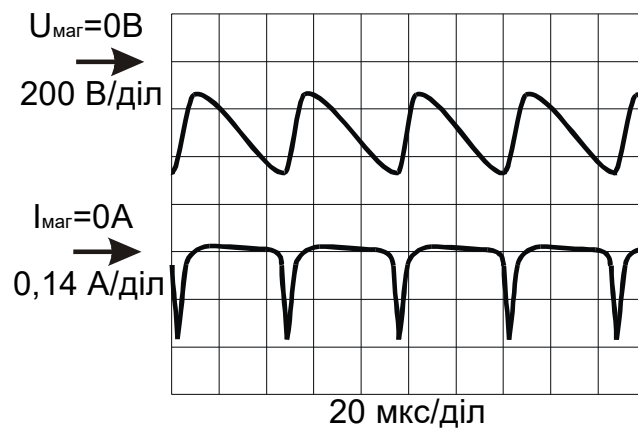


Рис. 3.24. Залежність струму розряду від тиску в вакуумній камері. I - зона зриву коливань та відсутності розряду, II - зона регулярних коливань, III - зона стійкого горіння розряду. ∇ – точки зникнення розряду при пониженні тиску, \bullet – точки, в яких з'являються регулярні коливання при підвищенні тиску.

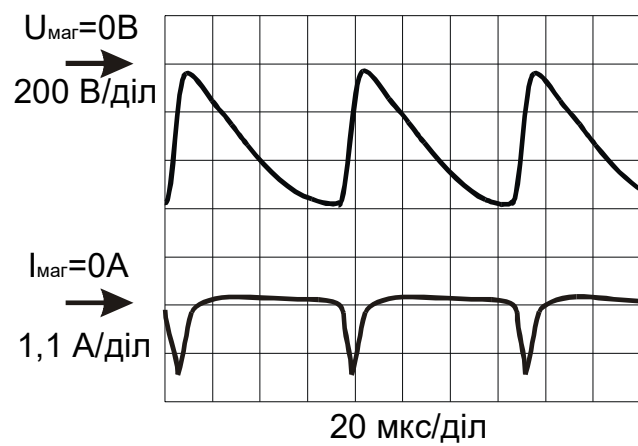
Режим регулярних коливань (зона II) існує в проміжній області між областю стійкого горіння розряду з підвищеним тиском та областю де тиск недостатній для підтримки горіння розряду. Цей режим виникає в зв'язку зі збільшенням впливу паразитної ємності C_d , що існує паралельно до магнетрону (Рис. 3.23). Під час ввімкнення джерела живлення E вона заряджається з $\tau \approx 20 \div 80$ мкс до напруги запалювання розряду. Цей етап відповідає

переміщенню з точки А (А1) до точки В на ідеалізованій вольт-амперній характеристиці (Рис. 3.22) та осцилограмі (Рис. 3.25 в). В цей час через МРС проходить струм, що виникає в наслідок екзоелектронної емісії. Відрізок ідеалізованої вольт-амперної характеристики та осцилограми В С пов'язаний з переходом до нормального тліючого розряду. Коли напруга досягає напруги виникнення розряду, струм в розрядному проміжку різко зростає. Процес росту струму продовжується до того часу поки не досягне критичного значення щільності струму при якому зростає коефіцієнт іонізації, в результаті чого швидкість зростання струму стає ще більш високою. Напруга на магнетроні різко спадає, що викликано перерозподілом падіння напруги джерела живлення між магнетроном та струмообмежуючим опором R_c . В результаті струм через магнетрон досягає постійного значення, що відповідає більш високому значенню коефіцієнта іонізації. Паразитна ємність C_d за рахунок накопиченого заряду знижує швидкість падіння напруги на газорозрядному проміжку та розряджається через нього. При цьому, коли ємність розрядилась, виникає такий перерозподіл напруги між магнетроном та струмообмежуючим опором, що напруга на магнетроні знижується нижче напруги горіння розряду, що призводить до його гасіння.

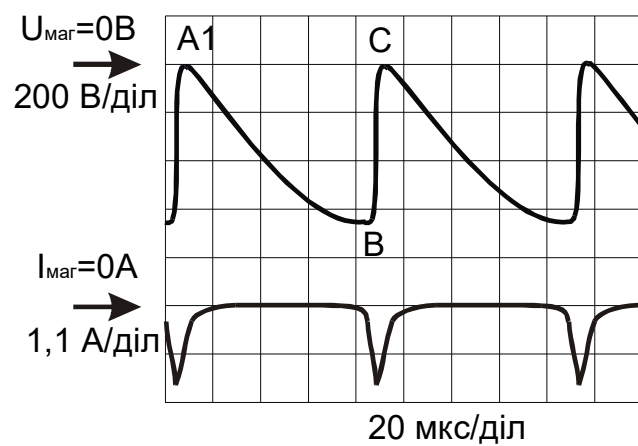
Таким чином, режим з регулярними коливаннями підготовчого розряду виникає на межі робочого діапазону тисків (зона II) і може спричинити нестабільне запалювання сильнострумного імпульсного розряду. Для забезпечення стійкої роботи імпульсної МРС потрібно надавати перевагу режиму, що відповідає зоні III, де відсутні регулярні коливання.



а)



б)



в)

Рис. 3.25. Типові осцилограми коливальних процесів підготовчого магнетронного розряду при $E=900\text{ В}$, $R_C=9,4\text{ кОм}$, верхня крива - напруга на магнетроні, нижня - струм, а) $P=1,6 \cdot 10^{-3}\text{ Торр}$, б) $P=1,7 \cdot 10^{-3}\text{ Торр}$, в) $P=1,8 \cdot 10^{-3}\text{ Торр}$.

3.3.3. Дослідження динаміки розвитку імпульсного розряду в магнетронних розпилювальних системах

Процеси виникнення та розвитку імпульсного магнетронного розряду, а також післярозрядні процеси, що характерні для МРС, вивчені недостатньо. Важливо розуміти, що відбувається при роботі на середніх частотах (30 – 100 кГц), які найбільш перспективні для роботи імпульсних МРС, коли запізнення виникнення розряду можна порівняти з протяжністю імпульсу та паузи струму.

Для експериментального дослідження були спеціально розроблені імпульсні магнетронні розпилювальні системи. Перша мала охолоджуваний водою магнетрон з постійним магнітом та хромовою, індієвою чи графітовою (марки МПГ-8) мішенню (диск з діаметром 60 мм), друга - титанову мішень (прямокутна пластина з розмірами 60 x 290 мм²). Розпилення проводилось в середовищі аргону чи суміші аргону та азоту. Всі гази були підвищеної чистоти (аргон 99,999 і азот 99,994). В першому випадку імпульсне джерело живлення було виготовлене на основі електронно-вакуумного модулятора на двох лампах ГУ-81М (Рис. 3.18). В другому випадку імпульсне джерело живлення виконане за схемою Рис. 3.20 на шести лампах ГУ-81М [24].

Основні експерименти проводились з конфігурацією МРС – ТІМ на двох лампах ГУ-81М з круглим магнетроном діаметром мішені 60 мм. Схема імпульсної МРС зображена на Рис. 3.26.

Джерело живлення забезпечувало імпульсний та безперервний режим живлення магнетрону, а також роботу магнетрону в режимі слабострумного допоміжного розряду (20 – 50 мА), що міг підтримувався між імпульсами. Тривалість рівномірно розподілених імпульсів розрядного струму становила 10 – 300 мкс при частоті повторення до 10 кГц. Напруга джерела анодного живлення модулятора складала 0,6 - 2,0 кВ. Характеристики розряду вимірювались осцилографом, що був підключений до катоду (мішені) через дільник напруги для реєстрації напруги на магнетроні та до датчиків вимірювання струму (ДВС) в ланцюгах магнетрону, катод – колектор 1 та

катод - кільцевий колектор 2 (Рис. 3.26). Підкладкотримач, (металевий диск діаметром 40 мм) розміщувався на відстані 4,5 см. Окрім того, в якості підкладок використали монокристалічні пластини кремнію і КСІ. Кільцевий колектор мав діаметр 60 мм та висоту 8 мм і був розміщений дещо ближче, над плазмою розряду. Негативна та позитивна напруги прикладались до підкладкотримача з підкладкою та кільцевого колектору. Підкладкотримач, розташований навпроти мішені, виконував функцію плоского електричного зонда (колектора 1) заряджених частинок. Для МРС з прямокутною титановою мішенню дослідження розряду за допомогою збору часток на колекторах не проводились.

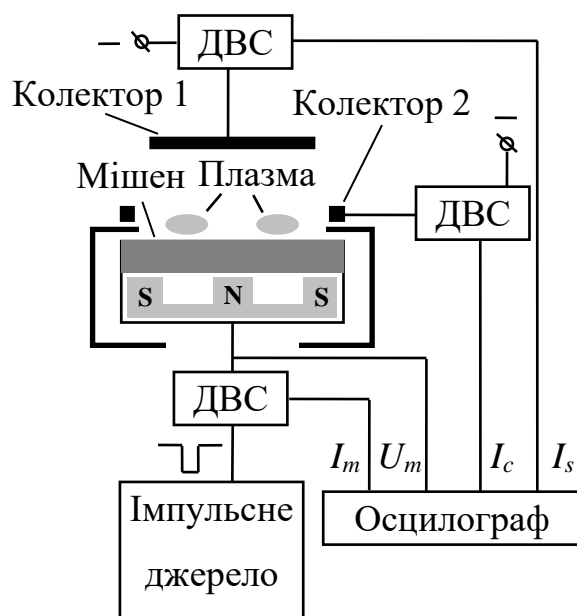


Рис. 3.26. Схема експериментальної імпульсної магнетронної системи.

Для полегшення розвитку імпульсного магнетронного сильноточного розряду в МРС зазвичай використовують підготовчий розряд, під час якого в розрядному проміжку утворюється іонізоване середовище. При роботі імпульсної МРС з підготовчим розрядом можна виділити чотири основні періоди. Перший - період підготовчого слабострумного розряду, що існує між імпульсами, другий - стартовий, пов'язаний з переходом від слабострумного підготовчого розряду до основного сильноточного, третій - квазістаціонарний (струм і напруга на магнетроні не зазнають різких змін і відповідають

сильностремному розряду) та четвертий - післярозрядний, під час якого здійснюється перехід знову до слабострумного розряду.

Зміна матеріалу катоду магнетрона чи мішені, яка розпилюється, слабо впливає на процес розвитку імпульсного розряду. Це вказує на те, що іонізаційні процеси в газі грають основну роль при формуванні розряду.

На Рис. 3.27 наведені діаграми, що ілюструють в спрощеній формі зміни струмів і напруг в МРС в періоди виникнення, підтримки імпульсного розряду

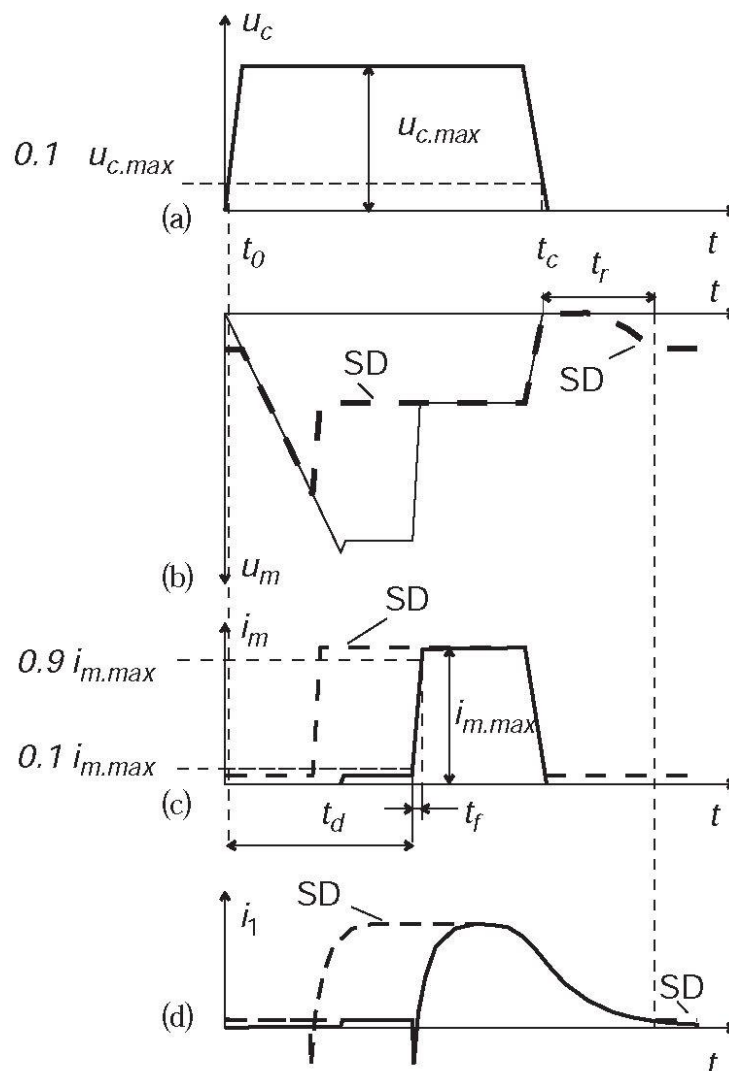


Рис. 3.27. Спрощені діаграми керуючої імпульсної напруги (u_c), напруги магнетрона (u_m), струму розряду (i_m) і струму колектора 1 (i_1). Штрихові криві показують вплив підготовчого розряду (SD).

та в післярозрядний період. Тут також показані точки і інтервали на шкалі часу t використовувані для визначення часових параметрів перехідних процесів.

Загальна характеристика перехідних електричних процесів в імпульсному розряді

Користуючись загальноприйнятою методикою і термінологією для опису імпульсних процесів і параметрів імпульсних газорозрядних приладів, за початкову точку відліку перехідних процесів будемо вважати момент часу t_0 (Рис. 3.27, а), що відповідає рівню 0,1 від амплітуди $u_{c,max}$ керуючого (відпираючого) імпульсу напруги, що подається та керуючі сітки модуляторних ламп. Інтервал часу від моменту t_0 до моменту досягнення струмом магнетрона рівня 0,1 від його амплітуди $u_{m,max}$ є часом затримки виникнення імпульсного розряду t_d . Параметр t_d фактично визначається затримкою початку наростання (фронту) струму імпульсного розряду або початку спаду напруги на магнетроні.

Період наростання імпульсного струму МРС від рівня 0,1 до рівня 0,9 від амплітудного значення $u_{m,max}$ назовемо часом формування t_f імпульсного магнетронного розряду. Звідси повний час встановлення імпульсного розряду треба визначати сумою $t_d + t_f$.

Очевидно, що визначати час формування розряду по тривалості фронту розрядного струму допустимо лише при явно вираженому активному характері імпедансу розрядного ланцюга, але в нашому випадку ця умова виконана.

Доцільно ввести параметр Δt_d , що характеризує періодичну нестабільність t_d , яка визначається по "тремтінню" або розмиванню фронту розрядного струму.

Експерименти з різними магнетронами показали, що процес виникнення розряду відбувається наступним чином. При подачі керуючого імпульсу u_c на сітки модуляторних ламп (Рис. 3.27, а) вони починають пропускати струм і відбувається розряд/заряд шунтуючих (паразитних) ємностей розрядного ланцюга, а на магнетроні наростає негативна напруга майже за лінійним законом (Рис. 3.27, б) до рівня практично відповідного анодній напрузі модулятора, якщо магнетрон не шунтується резистором малої величини (менше 100 кОм). Потім в магнетроні виникає високовольтний слабкострумний розряд зі струмом близьким 100 мА і напругою підтримки, близькою до поданої напруги, тобто близько 2 кВ. Через деякий час (з затримкою t_d щодо t_0) струм магнетрона

починає швидко наростати, а напруга на ньому різко знижуватися до встановлення деякого квазістаціонарного значення, яке і є напругою підтримки імпульсного "сильнострумового" магнетронного розряду.

Під час спаду напруги керуючого імпульсу u_c відбувається зачинення модуляторних ламп і одночасно спадають напруга на магнетроні та його струм. Однак у міжелектродному проміжку ще залишається деяка кількість заряджених частинок, що поступово зникають внаслідок рекомбінації на поверхнях, що оточують проміжок. На Рис. 3.27, d представлена діаграма, що показує зміну іонного струму плоского електричного зонда (колектора 1) з негативним зміщенням на різних етапах імпульсного процесу. Видно, що в період існування високовольтного розряду реєструється невеликий іонний струм на зонд, в період різкого зростання струму магнетрона і спаду напруги на ньому спостерігається пічок електронного струму, потім поступово встановлюється квазістаціонарне значення іонного струму, а після припинення розряду відбувається деіонізація і спад іонного струму. Тривалість деіонізаційного процесу становить десятки мікросекунд при амплітуді розрядного струму кілька ампер в типових умовах магнетронного розпилення.

Осцилограми струму i_m і напруги магнетрона u_m , а також керуючого імпульсу u_g , на Рис. 3.28 показують реальний процес виникнення розряду при різних значеннях амплітуди імпульсу $u_{c.max}$, частоті їх повторення 600 Гц і тиску аргону 0,4 Па. Для вимірювання струму магнетрона використовувався резистор, ввімкнений в катодний ланцюг модуляторних ламп, тому в початковій частині цих осцилограм можна спостерігати імпульс струму розрядки / зарядки шунтуючих ємностей. Видно, чим більше амплітуда $u_{c.max}$ керуючого імпульсу, тим більше амплітуда струму розрядки / зарядки і швидше встановлюється напруга на магнетроні.

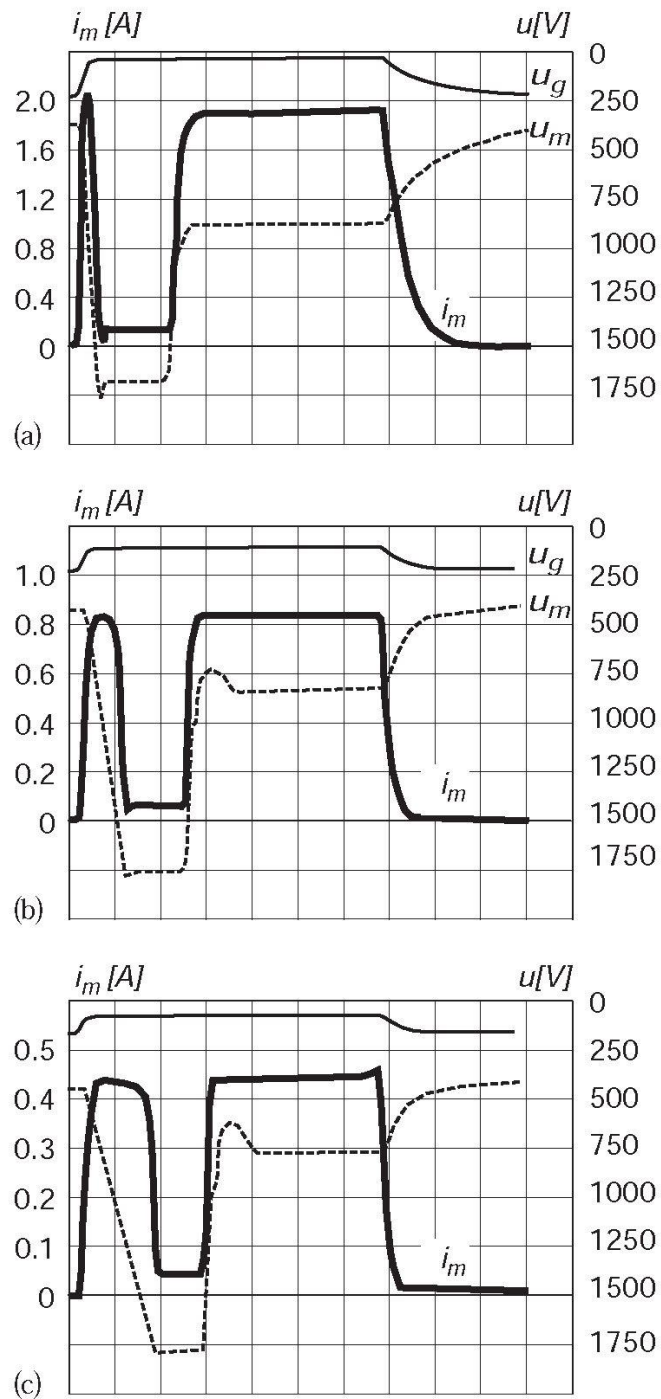


Рис. 3.28. Осцилограми напруги на сітці керування електронно-променевого КЕ (u_g), напруги магнетрона (u_m) та струму магнетрона (i_m) при різних значеннях амплітуди імпульсу керування ($u_{c,max}$): а – $u_{c,max} = 200$ В; б – $u_{c,max} = 120$ В; с – $u_{c,max} = 90$ В (матеріал мішені: графіт; підготовчий розряд вимкнено; шкала часу: 10 мкс / діл).

Передрозрядний період (стадія затримки)

На Рис. 3.29 наведені залежності часу затримки t_d від миттєвого значення напруги керуючих сіток відімкнених модуляторних ламп u_g при різних значеннях частоти повторення імпульсів і тиску аргону. Величина t_d становить одиниці-десятки мікросекунд і знижується при збільшенні напруги на сітці, тиску і частоти повторення імпульсів.

Збільшення частоти повторення імпульсів розрядного струму призводить до того, що в момент подачі наступного імпульсу залишкова концентрація заряджених частинок вище, ніж при низькій частоті, тому величина затримки знижується з ростом частоти (Рис. 3.29).

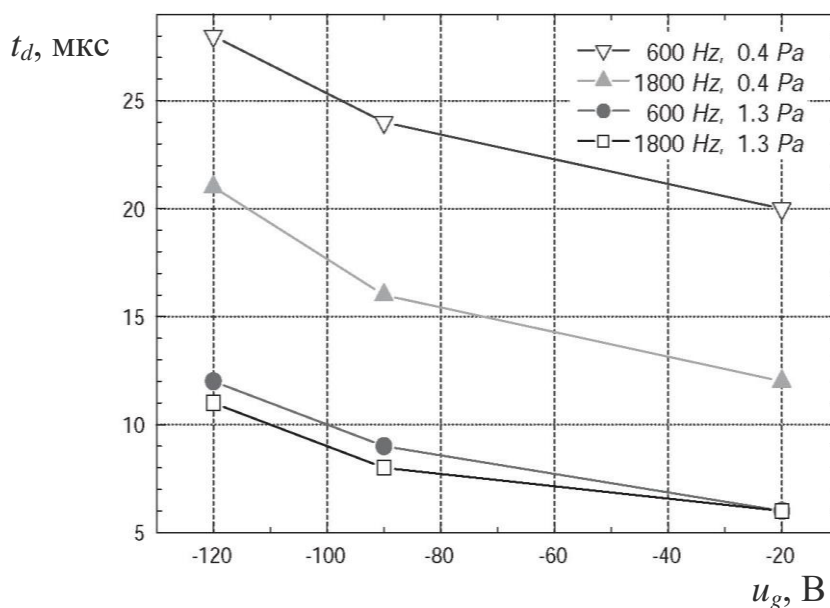


Рис. 3.29. Вплив миттєвої напруги (u_g) сітки керування електронно-вакуумного КЕ на частоти пульсів та тиску аргону на час затримки (t_d) (матеріал мішені: графіт, без підготовчого розряду)

Цікаво відзначити, що з ростом амплітуди керуючого імпульсу $u_{g,max}$ тривалість стадії високовольтного розряду на "поличці" напруги магнетрона збільшується при загальному зниженні величини t_d (Рис. 3.28). Це можна пояснити тим, що при менших $u_{c,max}$ такий вид розряду виникає вже під час відносно повільного наростання негативної напруги магнетрона.

Час формування розряду t_f становить десяті долі - одиниці мікросекунд та слабо залежить від параметрів режиму роботи магнетрона. Періодична нестабільність часу затримки Δt_d не перевищує сотні наносекунд при тиску аргону порядку 0,4 Па (тому на Рис. 3.28 практично не видно тремтіння фронту розрядного струму), але при зниженні тиску Δt_d може становити кілька мікросекунд.

На підставі цього можна зробити висновок, що мінімальна тривалість імпульсів струму магнетронній розпилювальній системі повинна бути близько 10 мкс, а при скважності близько двох одиниць максимальна частота повторення імпульсів повинна становити близько 50 кГц.

Перехід в режим високострумного розряду

Наявність стадії високовольтного слабострумного розряду можна пояснити тим, що для розвитку в магнетронного сильнострумного розряду необхідно створити такий розподіл електричного поля в міжелектродному проміжку, при якому електрони ефективно б іонізували газ. Мабуть, конфігурація електростатичного поля без заряджених частинок не є оптимальною, і тільки при наявності певної концентрації частинок електростатичне поле спотворюється бажаним чином. Природно, що накопичення заряджених частинок вимагає деякого часу.

У зв'язку з цим вплив миттєвої напруги на керуючій сітці модуляторних ламп u_g на час запізнювання t_d (Рис. 3.29) можна пояснити наступним чином, а саме: при зниженні абсолютного значення u_g швидше заряджаються шунтуючі ємності в ланцюзі живлення магнетрона і швидше встановлюються напруга на магнетроні, приблизно рівній анодній напрузі модулятора (Рис. 3.28), а максимальний струм високовольтної фази імпульсного розряду. Відповідно, швидше накопичується в міжелектродному проміжку деяка критична концентрація заряджених частинок, при якій починає формуватися фронт імпульсу струму сильнострумного імпульсного розряду.

Можна припустити, що для зменшення затримки виникнення сильнотрумного розряду слід створювати додаткову іонізацію в передрозрядний період. Для цього можна використати декілька способів:

підтримувати в магнетроні у паузі між імпульсами слабострумний розряд постійного струму (~ 100 мА), під час якого практично не відбувається процес розпилення мішені;

підтримувати стаціонарний ВЧ-розряд в просторі над магнетроном;

додатково іонізувати робочий газ за допомогою електронного променю.

Найбільш простий є перший метод. Для його реалізації потрібно підключити до магнетрона через баластні опір порядку кілька десятків кілоом малопотужне джерело постійної напруги ($\sim 1000 - 1200$ В) для запалювання і підтримки слабострумного підготовчого розряду. Ще простіше виглядає схема живлення такого розряду шляхом шунтування баластним опором модуляторних ламп [24], тому що в цьому випадку джерелом живлення підготовчого розряду служить джерело анодного живлення модулятора.

На Рис. 3.27 пунктирними лініями (ПР) представлені діаграми струму і напруги магнетрона при роботі з підготовчим розрядом, і видно, що стадія високовольтного розряду відсутня, а сильнотрумний розряд виникає вже під час розрядки / зарядки шунтуючих ємностей. Відповідно, тривалість імпульсу розрядного струму магнетрона наблизилася до тривалості керуючого імпульсу.

При цьому змінилася динаміка напруги на магнетроні в післярозрядний період (Рис. 3.27, б). Відразу після закінчення імпульсу розрядного струму в період деіонізації негативна напруга u_m знижується до нуля або малої величини, а потім відбувається її підйом і відновлюється підготовчий розряд. Час відновлення цього розряду позначено на Рис. 3.27, б інтервалом t_r та складає десятки мікросекунд. При подачі наступного імпульсу напруга магнетрона u_m починає зростати з рівня, відповідного напрузі підтримки підготовчого розряду.

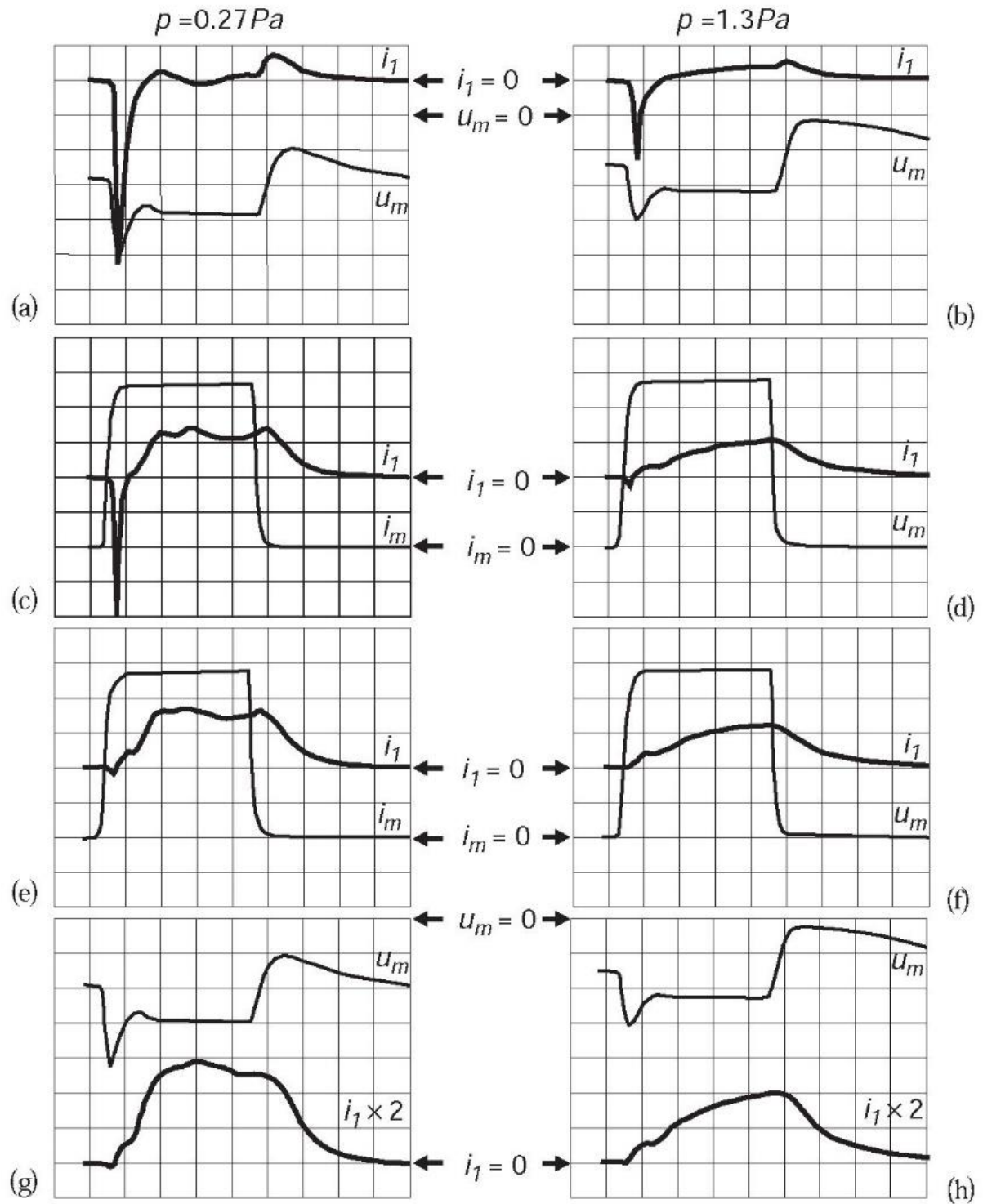


Рис. 3.30. Осцилограми напруги магнетрона (u_m), струму магнетрона (i_m) та струму колектора 1 (i_1) при різних значеннях тиску аргону (p) та напруги колектора 1 (u_l): (а, б) $u_l = -20 \text{ В}$, (с, д) $u_l = -40 \text{ В}$, (е, ф) $u_l = -60 \text{ В}$, (г, х) $u_l = -80 \text{ В}$ (матеріал мішені: хром; пусковий розряд увімкнено; масштаб часу: $10 \text{ мкс} / \text{діл}$; шкала напруги магнетрона: $200 \text{ В} / \text{діл}$; шкала струму розряду: $0,37 \text{ А} / \text{діл}$; шкала струму колектора: $125 \text{ мА} / \text{діл}$).

Осцилограми напруги магнетрона (u_m), струму магнетрона (i_m) та струму колектора 1 (i_1) при різних значеннях тиску аргону (p) та напруги колектора 1 (u_1): (a, b) $u_1 = -20$ В, (c, d) $u_1 = -40$ В, (e, f) $u_1 = -60$ В, (g, h) $u_1 = -80$ В на Рис. 3.30 були отримані за допомогою трансформатора струму, розміщеного біля магнетрона, для випадку з ввімкненим підготовчим розрядом. Всі інші параметри подібні як на Рис. 3.28. Осцилограми відображаються всі стадії розвитку сильнотрумного розряду, що проілюстровані на Рис. 3.27. Як видно, збільшення тиску аргону призводить до зниження кидку негативного напруги u_m в період формування імпульсного розряду, що пояснюється більш ефективним утворенням іонів у міжелектродних проміжках. Крім того, при збільшенні тиску різко знижується амплітуда сплеску електронного струму на колектор 1 та колектор 2 з негативним зміщенням, яке спостерігається в цей період.

Амплітуда сплесків електронів залежить від напруги колекторів, тиску аргону p та амплітуди струму розряду. Амплітуда на колекторі 1 може сягати 80 % амплітуди струму розряду, якщо напруга колектора 1 u_1 дорівнює нулю. Коли $p = 0,27$ Па сплески зникають при $u_1 \approx -100$ В (Рис. 3.30 g). Це означає, що максимальна енергія електронів у сплесках становить близько 100 еВ. Коли $p = 1,3$ Па сплески зникають при $u_1 \approx -60$ В, а максимальна енергія електронів становить близько 60 еВ (Рис. 3.30 f, h).

Хоча колектор 2 був ближче до плазми магнетронного розряду, сплески електронів у колекторі 2 були на порядок нижчими ніж у колектора 1.

Сплески спостерігаються лише під час швидкого зростання концентрації заряджених частинок у міжелектродних проміжках магнетрона, коли на мішень подається велика надлишкова напруга. Ці сплески генеруються під час самоутворення сильнотрумного розряду що, пов'язаного із саморозміщенням іонної оболонки поблизу мішені. Згідно із законом Чайлда-Лангмюра [140], товщина оболонки іонів стає меншою зі збільшенням щільності струму та зменшенням напруги на мішені.

Сплески високоенергетичних електронів можуть бути створені об'ємними електронами, що знаходяться в момент $t \geq t_0 + t_d$ всередині електричного поля

між колектором 1 і плазмою низької щільності, розташованою біля мішені. Потім через зменшення напруги на магнетроні та збільшенню концентрації заряджених частинок сильне електричне поле зникає за винятком іонної оболонки поблизу мішені. Більше того, сплески можуть створюватися високоенергетичними вторинними електронами, емітованими з мішені. Електрони з частин мішені, де магнітне поле майже нормально, прямують безпосередньо до колектора 1. Кількість таких електронів досить мала. З розрядного "кільця" буде емітуватись більша кількість електронів. Ці електрони можуть досягти до колектора лише у високовольтний період напруги, коли їх радіус Лармора більший або близький до висоти зони із сильним поперечним магнітним полем. У квазістаціонарному високострумному розряді падіння напруги в іонній оболонці стає меншим, і більшість вторинних електронів обмежені магнітним полем біля мішені.

Оскільки лінії електричного поля спрямовані в основному по осі від колектора 1 до мішені магнетрону, то сплески електронів у колекторі 2 дуже малі. Сплески на колекторі 2 створюються в основному об'ємними електронами, оскільки колектор затінений для катодних електронів. Таким чином, сплески на колекторі 1 породжуються в основному високоенергетичними вторинними електронами. Зниження сплесків електронів при більш високих тисках (Рис. 3.30 f) викликано газовим розсіюванням електронів та меншим t_f .

Утворення сплеску та потоку електронів під час розрядів низького тиску не є незвичайним явищем. Він спостерігався раніше при імпульсному магнетронному розряді [24]. Очевидно, наявність електронів з енергіями десятків електрон-вольт, що відповідають найбільшим значенням перерізу іонізації, призводить до ефективної генерації та накопичення заряджених частинок в області над мішенню. У свою чергу, іони, прискорені в оболонці високої напруги до мішені, набувають достатню енергію, щоб викликають вторинну емісію електронів. Тому можливий швидкий перехід від низькострумної високовольтної стадії розряду до високострумової протягом

декількох мікросекунд. У випадку відносно низької напруги живлення (< 1 кВ) t_f становить декілька десятків мікросекунд [141].

Квазістаціонарний період імпульсного сильноточного розряду

Загальна поведінка імпульсного розряду магнетрона в цей період подібна до розряду постійного струму. Тим не менш, спостерігається кілька особливостей поведінки струму колектора 1. Йдеться про нуль при плаваючому потенціалі (≈ -20 В, Рис. 3.30 а). Тому струм насичення іонами визначався при більш негативних напругах колектора. Іонний струм колектора 1 мав сходинку постійної величини відразу після встановлення струму розряду (Рис. 3.30 d-h). Тривалість сходинки становить 3-5 мкс. За цією сходинкою відбувається зростання іонного струму до максимального значення. Зростання сповільнюється зі збільшенням тиску аргону (Рис. 3.30). Для досягнення максимуму потрібно 20 мкс при 0,27 Па і більше 50 мкс при 1,3 Па. Цей час затримки якісно узгоджуються з часом розширення плазми від мішені до колектора 1 за допомогою механізму амбіполярної дифузії. При низькому тиску близько 0,3 Па у верхній частині імпульсу спостерігалися когерентні коливання іонного струму з періодом близько 30 мкс. Вони можуть бути віднесені до нестабільності в магнетронному розряді.

На Рис. 3.31 а показано пікове значення іонного струму на колектор 1 ($i_{l,max}$) в залежності від потужності розряду $P_m = u_m \cdot i_{m,max}$ і на Рис. 3.31 б відношення струму іонного колектора 1 до струму розряду в залежності від амплітуди струму розряду. Імпульсний режим дозволяє значно збільшити значення пікового струму колектора. Крім того, збільшення амплітуди струму магнетрона призводить до збільшення співвідношення струмів колектор / розряд. Останнє може бути викликано більш високою температурою електронів у імпульсних розрядах порівняно з постійними. Тому, якщо тривалість імпульсу більша за час розширення плазми, можна отримати кращу енергетичну активацію під час іонноасистованого осадження плівки, з

однаковою середньою потужністю в імпульсному режимі магнетронного розряду.

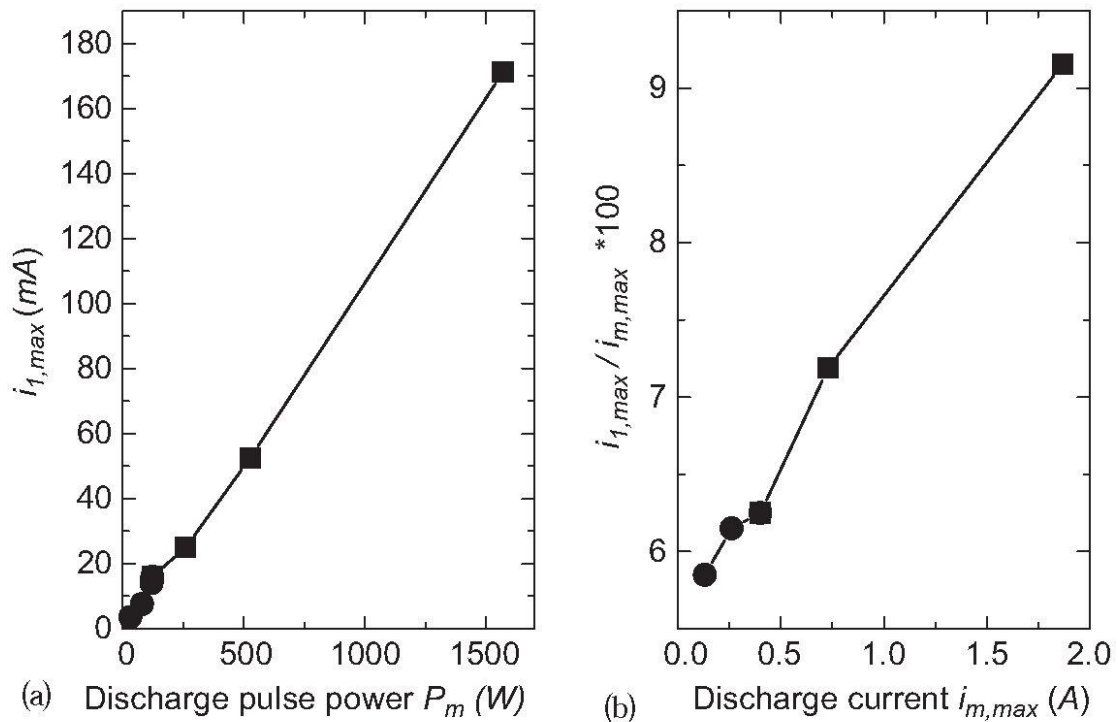


Рис. 3.31. Залежність піковий іонний струм колектора від потужності розряду (а) та залежність відношення (піковий іонний струм колектора 1) / (струм розряду) від амплітуди струму розряду. • - магнетронний розряд постійного струму, ■ - імпульсного магнетронний розряд (мішень: індій; напруга колектора 1: 100 В; тиск аргону: 0,4 Па; тривалість імпульсу: 100 мкс).

Післярозрядний період

Початок цього періоду визначається різким зниженням струму розряду і напруги. Струм до колектора 1 і струм магнетрона використовували для аналізу післярозрядних процесів. Падіння струмів колектора можна спостерігати протягом більше 20 мкс після переривання розряду. Швидкість деіонізації дещо нижча при більш високих тисках (порівняйте лівий і правий осцилограми на Рис. 3.30). Через низький тиск аргону рекомбінація заряджених частинок відбувається головним чином біля стінок, що оточують плазму післясвічення (мішень). Відомо, що коефіцієнт дифузії обернено пропорційний тиску.

Поведінка напруги магнетрона в період післясвічення залежить від того, вмикається або вимикається ланцюг підготовчого розряду. У першому випадку напруга магнетрона падає до значення меншого напруги пускового розряду (іноді до нуля). Причиною такої поведінки є надлишкова іонна провідність у міжелектродних проміжках (Рис. 3.30 а, b, g, h та 5b). Це означає, що опір плазми післясвічення значно нижчий, ніж струмообмежуючий опір високовольтного слабострумного джерела підготовчого розряду. Потім напруга магнетрона поступово збільшується і відновлюється підготовчий розряд. Тривалість перезапуску (відновлення) t_r (див. Рис. 3.27, б) становить приблизно 40 мкс при $p = 0,27$ Па і приблизно 63 мкс при $p = 1,3$ Па. При надходженні наступного керуючого імпульсу напруга магнетрона u_m починає зростати від рівня, відповідного напрузі підтримання підготовчого розряду.

Параметр t_r може бути використаний для визначення максимальної паузи між імпульсами, при якій затримка t_d появи магнетронного розряду буде мінімальною без підготовчого розряду. Так, при $t_r = 50$ мкс та тривалості імпульсу 50 мкс мінімальна частота імпульсів повинна становити 10 кГц.

Ефекти впливу на склад та морфологію тонких плівок імпульсного режиму роботи МРС

Для виявлення ефекту впливу на склад та морфологію тонких плівок імпульсного режиму роботи МРС порівняно з безперервним була проведена серія дослідів, в яких проводилось розпилення індію в середовищі аргону та суміші аргону і азоту. Індію легкоплавкий метал, тому його надлишок в плівці та його здатність збиратись в краплі робить помітним будь-які порушення складу та морфології плівки навіть неозброєним оком. Товщина отриманих плівок та нерівність їх поверхні визначалась за допомогою профілометра Alpha-Step 500, фазовий склад на електронографі EMP-100 і на рентгенівському дифрактометрі ХЦГ 4, елементарний склад та структура на скануючому електронному мікроскопі “CAMEBAX” з приставкою для рентгенівського мікроаналізу.

Слідуює відмітити, що крапельні виділення індію різко збільшили рельєф плівки. Це значно ускладнило проведення всіх кількісних вимірювань товщини та складу плівки і в ряді випадків зробило неможливим спостерігання дифракційних картин при зйомці на відбивання із-за великого дифузного розсіювання електронів на нерівностях поверхні. Тому тут розглядаються тільки явні тенденції, в тому числі такі, які можна спостерігати неозброєним оком, в зміні структури та складу плівки при переході від безперервного до імпульсного режимів.

Імпульсний та безперервний режими нанесення тонких плівок магнетронним розпиленням відрізняється тепловими режимами, як підкладки, так і самого магнетрону. Термічна дія імпульсного процесу осадження менша порівняно з безперервним, що ілюструє графік з типовими залежностями температури хромель-алюмелевої термопари (Рис. 3.32), яка була розміщена в районі підкладки, де кружечками позначена крива зміни температури при безперервному, а квадратики – при імпульсному режимах роботи МРС під час п'ятнадцятихвилинного розпилення хромової мішені. На неї подавалось негативна напруга зміщення відносно землі величиною мінус 100 В. Це підвищувало нагрів підкладки і робило більш помітним різницю в температурі при імпульсному та безперервному розпиленні. Слідуює відзначити, що середня потужність, яка виділяється на підкладці за рахунок іонного бомбардування, була приблизно одна і та ж при імпульсному та безперервному осадженні. Це слідуює з пропорційної залежності між іонним струмом на підкладку та потужністю розряду (Рис. 3.31 а). Зміна тривалості імпульсу від 100 до 300 мкс при збереженні середньої потужності розряду практично не змінювала величину максимальної температури підкладки, що завжди була нижче ніж при безперервному розпиленні. Природно, що такий же ефект повинен мати місце і для мішені. Таким чином, імпульсне розпилення дозволяє істотно знизити термічний вплив на мішень та підкладку, хоча сама поверхня конденсації в кінці кожного імпульсу може нагріватися до величини, що перевищує температуру

підкладки при безперервному осадженні. Це виявляється в плавленні індію й збиранні його в краплі.

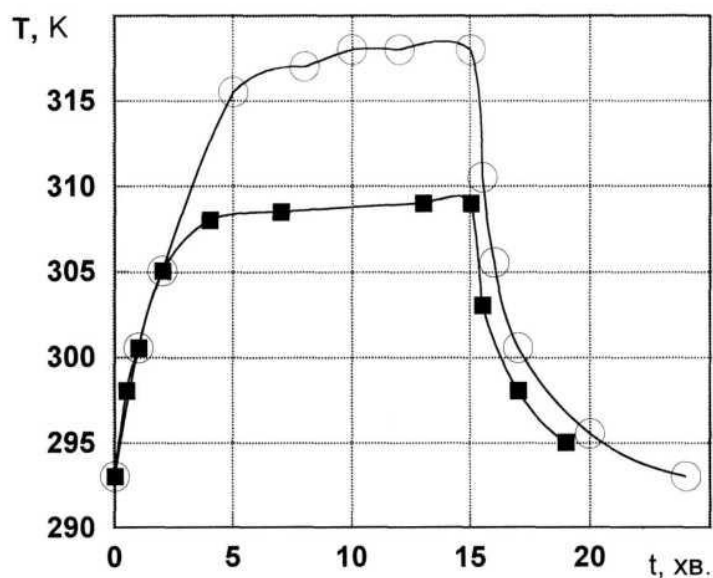


Рис. 3.32. Залежність температури термопар, розташованої на місці підкладки, від часу проведення наплення. \circ - безперервний режим роботи МРС, \blacksquare - імпульсний режим роботи МРС (мішень – Cr; напруга термопар – -100 В).

Перехід до імпульсного режиму вплинув на склад та структури нестехіометричних плівок, що містять надлишок індію.

Швидкість осадження плівок, в межах точності вимірів, була приблизно однією тієї ж в безперервному та в імпульсному режимах осадження, за умови однакової середньої потужності розряду. Це підтверджує відомі факти про те, що швидкість осадження при магнетронному розпиленні пропорційна потужності розряду [142, 143, 144].

Розмір нерівностей, визначений з профілограм, був значно більшим для безперервного осадження, ніж для імпульсного, хоч вільного індію в плівках при імпульсному напленні було більше (Таблиця 3.2). А саме надлишковий індій, збираючись у глобули, веде до формування розвиненого рельєфу плівки.

Проте середнє термальне навантаження на підкладку при імпульсному напиленні нижче, ніж при безперервному (Рис. 3.32), але в момент конденсації воно може бути і вище, внаслідок миттєвого виділення великої кількості енергії. Але, цим не можна пояснити менш розгалужений рельєф поверхні для плівок, отриманих в імпульсному режимі, тим паче, що у них більше вільного індію. Тут слідє припустити, що, можливо, процес конденсації при імпульсному напиленні відрізняється від такого при безперервному. Адже відомо, що склад плівок, які отримані імпульсним реакційним розпиленням, залежить від потужності розряду [142, 143, 144]. Так, миттєва потужність та швидкість конденсації при імпульсному режимі приблизно в 13 - 15 раз вище, ніж при безперервному. Це веде, можливо, до замурування атомів індію, що надходять до підкладки, зменшуючи їхній дифузійний пробіг, або ж підкладка в паузі між імпульсами (що в 13 - 15 разів довша, ніж сам імпульс) охолоджується швидше, ніж індію встигає зібратись у краплі (температура підкладки при імпульсному осадженні нижче ніж при безперервному).

Подача на підкладку негативного зміщення -100В в меншій мірі відбивається на структурі та складі плівок, одержаних в безперервному режимі осадження, у порівнянні з імпульсним. Ступінь цієї зміни залежить від співвідношення парціальних тисків аргону та азоту. Якщо $p_{N_2} / p_{Ar+N_2} = 4/5$, тобто, бомбардування плівки здійснюється в основному легкими іонами азоту, то зміна в кольорі, фазовому та елементному складі практично не помітні. Плівка лише трохи збіднюється азотом (Таблиця 3.2). Якщо ж осадження проводилось при $p_{N_2} / p_{Ar+N_2} = 1/2$ і поверхня росту бомбардувалася важкими іонами аргону, то виділення вільного індію на поверхні плівки помітно неозброєним оком.

У випадку імпульсного осадження, подача на підкладку -100 В веде до різкої модифікації складу й морфології плівок при різних співвідношеннях аргону та азоту, що особливо наочно проявляється для нашої системи, бо індію має низьку температуру плавлення (429° К). По-перше, плівка з чорної і матової стає срібного кольору, причому, частина індію збирається в краплі. Поверхня

стає надзвичайно рельєфної. Товщина плівки змінюється від одиниць мікрон, в проміжку між каплями, до 30 і навіть до 80 мкм в місцях зосередження крапель (Таблиця 3.2). По-друге, по результатах рентгенівського мікроаналізу, плівки при цьому сильно збіднюються азотом. В каплях його немає взагалі, а в проміжках між ними його кількість також знижена у порівнянні з плівками, отриманими при плаваючому потенціалі підкладки. Це залежать не тільки від тривалості імпульсу (30 або 300 мкс), але й від парціального тиску азоту в газовій суміші. Так, при $p_{N_2} / p_{Ar+N_2} = 4/5$, зменшення тривалості імпульсу від 300 до 30 мкс приводило до незначного зменшення вміст азоту в плівці та до утворення більш крупних крапель. При $p_{N_2} / p_{Ar+N_2} = 1/2$ таж зміна тривалості імпульсу приводила до протилежної картини. При 300 мкс плівка була повністю срібного кольору й складалась практично з чистого індію (Таблиця 3.2). Наведені дані можна пояснити тим, що при $p_{N_2} / p_{Ar+N_2} = 1/2$ іонне бомбардування поверхні росту здійснюється головним чином іонами аргону, що набагато тяжчі іонів азоту і, отже, передають атомам на поверхні конденсації більший імпульс. При цьому ймовірність десорбції адсорбованих атомів азоту, ще не зв'язаних в решітці нітриду, набагато більша, ніж при $p_{N_2} / p_{Ar+N_2} = 4/5$. Крім того, більший парціальний тиск азоту збільшує ймовірності для конкуруючого процесу – дисоціації молекулярних іонів азоту, що в якійсь мірі компенсує втрати атомарного азоту за рахунок десорбції.

Таблиця 3.2

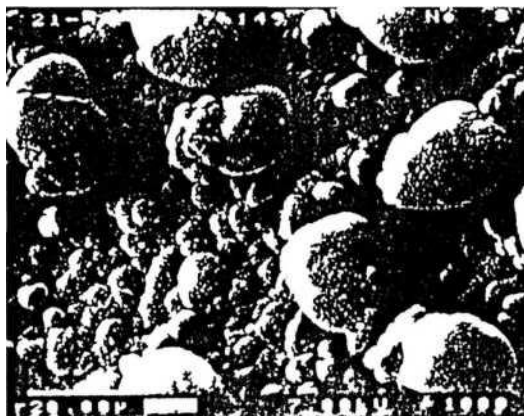
№	Режим		p_{N_2} / p_{Ar+N_2}	Параметри розряду			$u_{II}, В$	Товщина h , мкм	Нерівності Δh , мкм	Елементний склад			
	Імпульс, мкс	Частота, Гц*		i , А	u , В	p , Вт*				In	N	O	C
1	Безперервний		1/2	0,24	540	130	Плав. потенц	18	10	67,9	23,5	4,7	3,9
2	30	2840	1/2	2,20	720	135	Плав. потенц	13	1,2	7	14,9	1,4	2,9
3	300	290	1/2	2,20	710	136	Плав. потенц	17	2	81,8	14,5	0,7	3,0
4	Безперервний		4/5	0,22	540	120	Плав. потенц	14	7	65,1	28,9	1,8	4,2
5	Безперервний		4/5	0,20	540	120	-100	15	6	72,3	21,7	2,2	3,7
6	30	2800	4/5	2,00	750	126	-100	—	15-80	76,1	17,2	2,9	3,7
7	30	2800	4/5	2,00	750	126	Плав. потенц	15,5	1,5-2,5	60,8	36		

При малому $p_{N_2} / p_{Ar+N_2} = 1/2$ десорбуючий вплив іонного бомбардування переважає, і плівка збіднюється азотом тим сильніше, чим довша тривалість імпульсу. Потужність в імпульсі та іонний струм на підкладку приблизно в 13 - 14 раз вище, чим в безперервному режимі, тобто співвідношення іонної компоненти до нейтральної приблизно одне й теж для імпульсного та безперервного розряду. Отже, відмінність між цими режимами є різна питома потужності, що виділяється при конденсації під час іонного бомбардуванням. А різниця між імпульсними режимами з 300 та 30 мкс полягає в різній енергії, що виділяється за один імпульс на поверхні конденсації. Більш довгий імпульс призводить до більшого нагріву поверхні і, як наслідок, до більшої десорбції атомарного азоту, що для синтезу нітриду є головною реакційно-здатною частинкою [3]. Тому при $p_{N_2} / p_{Ar+N_2} = 1/2$ та при -100 В на підкладці, дефіцит азоту в плівці більший при 300 мкс-імпульсах, ніж при 30 мкс.

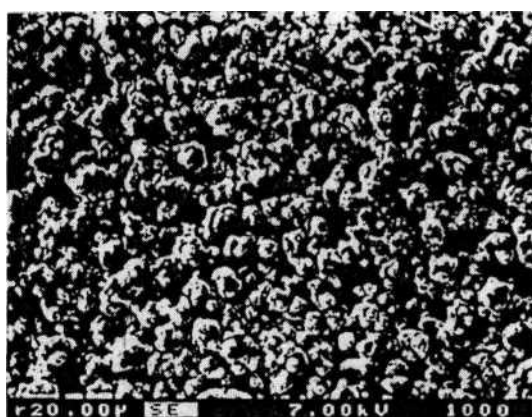
Інша картина спостерігається при $p_{N_2} / p_{Ar+N_2} = 4/5$. В цьому випадку іонний струм на підкладку, а значить і енерговиділення на ній дещо нижчі. Але найголовніше, що підкладка бомбардується в основному іонами N_2^+ , що передають атомам поверхні менший імпульс, чим атоми аргону, і, отже, приводять до меншого розпилення адсорбованого атомарного азоту. З іншого боку, N_2^+ при зіткненні з поверхнею дисоціює на два атоми азоту. Таким чином, іонне бомбардування частинками N_2 не тільки десорбує, але й постачає атомарний азот для синтезу InN. Ясно, що в залежності від співвідношення p_{N_2} / p_{Ar+N_2} та від потужності імпульсу, а також від відповідного цій потужності іонного бомбардування поверхні росту, можуть переважати різні фактори впливу на склад плівки.

При безперервному напыленні в чистому азоті при середній потужності розряду 70 Вт утвориться однофазна плівка нітриду індію. При імпульсних режимах (300 та 30 мкс) плівки містять дві фази: індію та нітриду індію (Рис. 3.33). Причому, судячи з електронограм кількість вільного індію трохи збільшується при більш тривалих імпульсах (300 мкс).

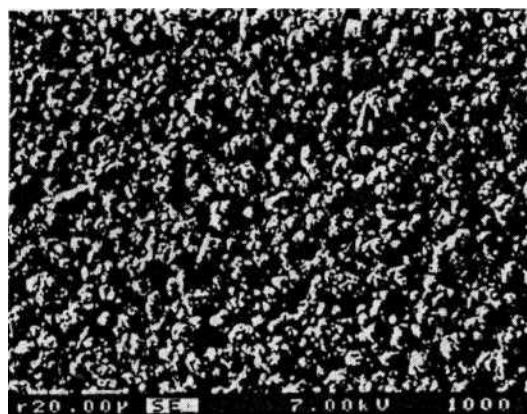
При імпульсному режимі іонний струм на підкладку пропорційний потужності, що виділяється в розряді за імпульс. Це відноситься і до режиму, коли на підкладку подається мале негативне зміщення (-100 В), що веде до сильного нагріву поверхні аж до розплавлення індію і до десорбції атомарного азоту. При значеннях параметру $p_{\text{N}_2} / p_{\text{Ar+N}_2}$ меншому, ніж 1/2 з поверхні росту десорбується практично весь азот.



(a)



(b)



(c)

Рис. 3.33. Мікрофотографії плівок InN_x , що отримані при імпульсній та безперервній напрузі живлення магнетрону з протяжностями імпульсів: а -безперервне живлення; б – 300 мкс; с – 30 мкс.

3.4. Висновки до розділу 3

ТІМ можна створювати на КЕ різних типів. Електронно-вакуумні КЕ найкраще відповідають енергетичним і частотно-тимчасовим критеріям, але значно поступаються по масогабаритним показникам.

При дослідженні, відпрацюванні та використанні імпульсних іонно-плазмових технологій можуть миттєво виникати аварійні ситуації в плазмовому навантаженні ТІМ (дугоутворення, коротке замикання), що в свою чергу різко збільшує навантаження по струму та напрузі на КЕ. В таких випадках.

Моделювання електронно-вакуумні КЕ з анодними ВАХ пентодного типу ефективно проводити, використовуючи довідникові ВАХ. Моделі таких КЕ пропонується створювати з три джерел струму:

- а) перше описує залежність струму аноду від напруги на керуючій сітці;
- б) друге – за допомогою експоненціальної функції лінію спаду анодного струму;
- в) третє – залежність зміни нахилу від напруги на керуючій сітці.

При розробці та виготовленні ТІМ і потужного технологічного обладнання зручно застосовувати результати моделювання потужних вихідних каскадів з електронно-променевими КЕ. Окрім того для цієї цілі використовувались результати досліджень поведінки імпульсного розряду в схрещених полях.

Для МРС з плоским катодом було виявлено, досліджено та пояснено коливні процеси, що виникають в слабострумному магнетронному розряді, які пов'язані з баластним опором, паразитними ємностями та індуктивностями, що знаходяться в ланцюзі живлення магнетрону. Визначено зону стійкого існування коливних процесів та їх параметри: період коливань – $\sim 20 - 80$ мкс, амплітудне значення піків струму – $\sim 0,3 - 1,6$ А, напруга – $\sim 500 - 650$ В для мішені 66×290 мм². Робота МРС в режимі таких коливань підготовчого розряду порушує стабільність формування сильнострумного імпульсного розряду і не може бути рекомендованою для використання в технологічних процесах.

Досліджено особливості імпульсних магнетронних розрядів з піковими струмами до 2 А, питомою потужністю мішені до 145 Вт / см² та живленням від

2 кВ вакуумного пентодного модулятора в режимі джерела струму. Накопичення заряджених частинок, еквівалентних струму розряду в декілька десятків міліампер, необхідне в міжелектродному проміжку для швидкого переходу до стадії високострумного розряду. Початкова концентрація заряджених частинок для переходу може бути забезпечена або підготовчим розрядом, або частинками, що залишились після попереднього імпульсу, короткотривалим низьковольтним високострумним розрядом. Зі збільшенням тиску газу, частоти імпульсів та амплітуди імпульсів керування час затримки зменшується. Більш висока напруга, щоб перейти до високострумної стадії, забезпечує ефективну вторинну емісію катода та іонізацію газу. Генерується сплеск електронів з енергіями до 100 еВ на підкладку. В результаті протяжність фронту струму лише кілька мікросекунд.

У квазістаціонарний період іонний струм на підкладку досягає максимального значення при затримці близько 10 мкс. Причиною цієї затримки є розширення плазми з простору над мішенню до підкладки шляхом дифузії. Збільшення амплітуди струму розряду призводить до зростання відношення (струм підкладки) / (струм розряду). Тому імпульсний режим розпилення магнетрона може значно покращити енергетичну активацію поверхонь плівки під час іонноасистованого осадження.

У період післясвічення пусковий розряд на початку пригнічується через надлишкову провідність іонів. Потім він стає самопідтримуваним протягом декількох десятків мікросекунд. Цей час визначає допустиму протяжність між слідуванням імпульсів без підготовчого розряду. Таким чином, робота в діапазоні середніх радіочастот дозволяє виключити підготовчий розряд і отримати найменшу затримку для запалювання імпульсного розряду магнетрона.

На час затримки виникнення імпульсного сильнотрумного магнетронного розряду впливають ряд факторів, таких як: тиск газу в робочій камері, частота повторення імпульсів струму магнетрона, амплітуда напруги, керуючої ламповим модулятором. Розвиток імпульсного магнетронного розряду відбувається в три стадії: перша - підйом напруги на магнетроні до напруги

виникнення високовольтного розряду; друга - стадія високовольтного слабострумного розряду; третя - стадія формування власне сильнострумного розряду. При використанні в паузах між імпульсами додаткової іонізації того ж порядку, що і при високовольтному розряді, або при роботі на середніх частотах (порядку 10 кГц і вище), розряд з першої стадії, практично минаючи другу, переходить до третьої, і в результаті скорочується і стабілізується час затримки імпульсного сильнострумного магнетронного розряду. Параметр t_r може бути використаний для визначення максимальної паузи між імпульсами, при якій затримка t_d виникнення магнетронного розряду буде мінімальною без пускового розряду. Завдяки скороченню і стабілізації t_d імпульсні МРС можуть працювати в широкому діапазоні частот повторення імпульсів струму при мінімальному розкид параметрів окремих імпульсів і швидкості розпилення матеріалу мішені.

Для отримання відтворюємості швидкості нанесення тонких плівок за допомогою імпульсних МРС доцільно стабілізувати частотно-часові та енергетичні параметри їх живлення.

Наведені дані показують, що при однаковій середній потужності розряду, при імпульсному осадженні формуються плівки з більш гладкою поверхнею та більшим дефіцитом азоту у порівнянні з плівками, отриманими при звичайному безперервному осадженні.

Отже імпульсний режим роботи МРС має значні відмінності в розвитку та підтримці магнетронного розряду. А підчас процесу нанесення тонких плівок в ньому збільшується кількість операційних параметрів, завдяки чому можна регулювати енергетичний режим не тільки самого магнетрону, але й поверхні росту плівки, що в свою чергу (як було показано на плівках In – N), впливає на їх склад та морфологію.

РОЗДІЛ 4. ІМПУЛЬСНА ІНДУКЦІЙНА СИСТЕМА ДЛЯ ТЕРМО-ІОННОГО ОСАДЖЕННЯ ПОКРИТТІВ З ЕЛЕКТРОННО-ПРОМЕНЕВИМ ВИПАРОВУВАЧЕМ

4.1. Взаємодія заряджених частинок з електромагнітним полем індуктора.

В вакуумних технологіях нанесення покриттів часто використовують створення плазми не тільки в розрядах з постійним струмом, а й розрядах в змінному полі. Реалізація таких розрядів значно складніша ніж розрядів з постійним струмом, але при цьому досягається більш висока якісь обробки та розширюється асортимент матеріалів для обробки.

Використовується широкий спектр частот від промислової частоти до НВЧ. Найбільше розповсюдження отримали радіочастоти – сотні кілогерц – десятки мегагерц, довжини хвиль яких набагато більші за розміти технологічної камери. Це дозволяє створювати обладнання для збудження розряду з використанням радіотехнічних ланцюгів з зосередженими параметрами в вигляді конденсаторів, коливальних контурів, індукторів...

При використанні нерівноважної плазми низького тиску передача енергії від зовнішнього джерела живлення відбувається за рахунок електронного газу як і в випадку розряду постійного струму, тобто спочатку зовнішнє електромагнітне поле передає енергію плазмовим електронам, які мають заряд та велику рухомість, а вони в свою чергу через зіткнення з важкими частинками (молекулами, атомами, іонами) передають їм енергію. За рахунок зіткнень в залежності від енергії набраної електроном відбувається збудження та іонізація атомів та молекул. Це в свою чергу компенсує втрати іонів від рекомбінації в об'ємі та на стінках камери. Таким чином важливо розглянути взаємодію електронів з осцилюючим електромагнітним полем.

Якщо використовується постійне магнітне поле, слід враховувати вплив його на траєкторію руху електронів і відповідно на характеристики розряду, як, наприклад, при розряді в магнетронній розпилювальній системі.

Під дією осцилюючого електричного поля електрон в реальних умовах зміщується на відстань достатньо малу в порівнянні з довжиною хвилі λ_x та характерними розмірами неоднорідностей. В такому випадку електричне поле можна вважати однорідним з його напруженістю в просторі:

$$E = E_0 \sin \omega_n t,$$

де E_0 – амплітуда; ω_n – кругова частота поля.

В залежності від частоти зіткнень ν електрона з газовими частинками його коливання можуть носити вільний або дрейфовий характер. Якщо $\nu \ll \omega_n$, то маємо коливання без зіткнень, як в вакуумі. Електрон осцилює з частотою поля одночасно поступально рухаючись з довільною початковою швидкістю. Амплітуда зміщення (коливання)

$$a = eE_0 / m_e \omega_n^2,$$

де e , m_e – заряд та маса електрона. Такі беззіткненні коливання характерні для достатньо високих частот (ближче до НВЧ) та при низькому тиску.

При коливаннях без зіткнень електрон спочатку прискорюється, а потім гальмується, (або навпаки), тобто за період в середньому він не отримує енергію від поля.

Зіткнення порушують впорядкований характер коливань електронів, так як електрони відбиваються від атомів та молекул в випадковому напрямку. Після кожного зіткнення вони починають як би спочатку набір енергії від електричного поля з новими початковими умовами та під новим кутом до рух, що створює поле.

Доки вільний електрон не має достатньої енергії для іонізації, він пружно взаємодіє з газовими частинками, майже без втрат енергії. За законом збереження імпульсу – сума імпульсів до взаємодії дорівнює сумі імпульсів після взаємодії [145].

$$m_e v_e' + m_m v_m' = m_e v_e'' + m_m v_m'',$$

де $m_e v_e'$, $m_e v_e''$ імпульси електрона та $m_m v_m'$, $m_m v_m''$ – молекули до й після взаємодії, відповідно m_e , m_m – маса електрона та молекули, v_e , v_m – швидкість електрона та молекули [145].

Рухливість електрону на два порядки більше за рухливість молекули, тому імпульс молекули в порівнянні з імпульсом електрону наближається до нуля, тобто

$$m_e v_e' \approx m_e v_e''$$

$$v_e' \approx v_e''$$

$$(m_e v_e'^2)/2 \approx (m_e v_e''^2)/2$$

Таким чином енергія електрона при пружному ударі майже не змінюється. Так як швидкість векторна величина. Розкладемо її на дві складові (Рис. 4.1): швидкість напрямленого руху V_n та швидкість теплового (хаотичного) руху V_m [145].

Припустимо, що електрон прискорюється в напрямку дії електричного поля. Його швидкість по модулю v_e' до зіткнення дорівнює швидкості v_e'' після зіткнення, але проекція на вісь напрямленого руху V_n зменшується ($V_n' > V_n''$), тоді як проекція швидкості теплового руху збільшується від нуля до V_m'' . Відповідно енергія напрямленого руху зменшується, а теплового (хаотичного) збільшується [145].

И таким чином при кожному пружному ударі електрона по молекулі під час його гармонічних коливань відбувається перетікання частини енергії напрямленого руху в тепловий (хаотичний), поки електрон не досягне енергії достатньої для іонізації, тобто непружної взаємодії [145].

Амплітуда зміщення електрона при зіткненнях має вигляд

$$A = a / \sqrt{(1 + v^2 / \omega_n^2)},$$

тобто амплітуда (і швидкість) в $\sqrt{(1 + v^2/\omega_n^2)}$ разів менша чим при вільних коливаннях.

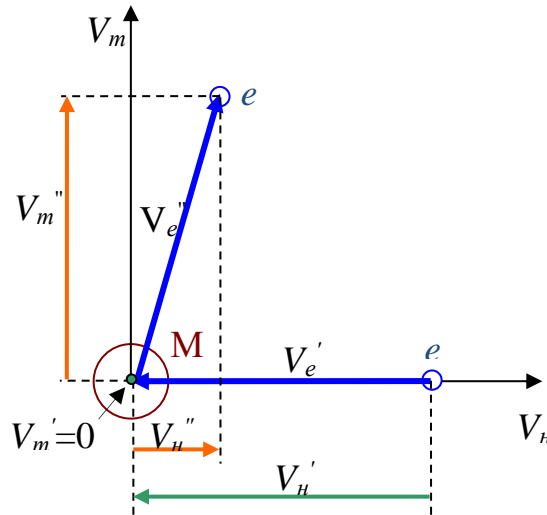


Рис. 4.1. Пружна взаємодія електрона та молекули [145].

Якщо зіткнення дуже часті $v \gg \omega_n$ або кругова частота поля низька, тоді швидкість коливального руху в кожний момент часу співпадає зі швидкістю дрейфу, що відповідає відповідному вектору поля. Такі коливання називаються дрейфовими, а електрон веде себе як в постійному полі: на інтенсивний хаотичний рух накладаються гармонічні коливання з малою амплітудою, що пропорційна E_0 .

Амплітуда зміщення в цьому випадку

$$A = eE_0 / m_e v \omega_n = \mu_e E_0 / \omega_n,$$

де μ_e – рухомість електрона. Значення A в v/ω_n разів менше амплітуди вільних коливань a в тому ж полі.

При електронно-променевому випаровуванні з використанням термокатодної гармати з індукційним збудженням плазми технологічні процеси відбуваються при тисках $\sim 10^{-3} - 10^{-2}$ Па, відстань між молекулами для повітря $\sim 100 - 1000$ см, що перевищує геометричні розміри технологічної камери. Але в зоні випаровування щільність молекул значно вища і руху молекул, що

вилітають з тиглю, більш напрямлений від поверхні випаровування ніж хаотичний. Тому вони можуть пролітати з моменту випаровування до моменту осадження без зіткнень. Таким чином в такому молекулярному середовищі електрон повинен виконувати вільні коливання за межами парового потоку, практично без зіткнень з газовими частками, а в самому паровому потоці реалізується змішаний режим вільних та дрейфових коливань. Тобто амплітуда коливань електрона того ж порядку, як і перетин парового потоку в індукторі. В протилежному разі неможливо було б створити індукційний розряд (електрони не взаємодіяли б з молекулами, не було б іонізації).

Іони мають велику масу та низьку рухомість порівняно з електронами, тому амплітуда їх коливань незначна та нею можна знехтувати.

При накладанні на розряд зовнішнього магнітного поля рух електронів змінюється під дією сили Лоренца. Електрони будуть рухатись по траєкторіям схожим на траєкторії при розряді магнетронної розпилювальної системи [17].

В пристроях технологічного застосування змінне поле може бути, як вихровим, так і потенціальним.

Вихрове поле створюється за допомогою індуктору (котушка індуктивності з декількома витками) при пропусканні змінного або імпульсного струму. Під дією змінного магнітного поля в індукторі генерується змінне вихрове електричне поле. Силкові лінії якого розташовують в вигляді концентричних кіл навколо ліній магнітного поля (Рис. 4.2 [146]).

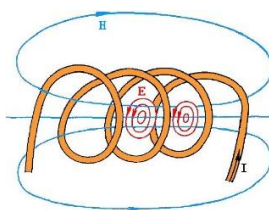


Рис. 4.2. Електричне та магнітне поле в індукторі

Це поле збуджує та підтримує газовий розряд. І він називається індукційним, кільцевим або Н-типу.

Напруженість індукованого електричного поля зростає зі збільшенням частоти (Рис. 4.3 та його аналіз наведені далі). При низьких частотах для створення поля, достатнього для збудження розряду, потрібно пропускати великий струм через індуктор. Індукційні розряди ефективно використовувати на частотах 0,1 – 100 МГц.

Діелектричні технологічні камери розташовуватись всередині індуктору, який в такому разі не піддається впливу хімічноактивних та заряджених часток плазми. Це реалізація безелектродного розряду. В нашому випадку індуктор розташований в технологічній камері біля тиглю випарника, що використовується для термоіонного осадження.

При потенціальному способі збудження розряду електричне поле генерується між електродами, які можуть бути розташовані, як в контакті з плазмою, так і поза межами технологічної камери. Таку електродну систему також можна розглядати, як конденсатор, тому такі розряди часто називають конденсаторними, ємнісними чи розрядами Е-типу.

Тип збудження розряду іноді тяжко визначити. Наприклад індукційний розряд. В ньому електричне поле є вихровим за рахунок змінного магнітного поля та потенціальним за рахунок міжвиткової різниці потенціалів, так як індуктор також являється електродом вміщеним в плазму з розподіленою по його довжині напругою, при цьому між витками індуктору, виникають напруженості поля як при Е-розряді з притаманними йому катодом та анодом.

Спрощений механізм самопідтримки тліючого розряду постійного струму є наступним: іони та нейтралі перезарядки бомбардують холодний катод з плазми й вибивають вторинні електрони, які прискорюються в прикатодному просторі позитивного просторового заряду та іонізують газ в плазмовій області, компенсуючи втрати іонів, що пішли на катод та стінки камери, а потім під дією електричного поля летять до аноду.

Якщо замінити постійну напругу на змінну низької частоти, то механізм не зміниться, тільки електроди будуть виконувати роль катода та анода по черзі. Кожні пів періоду в розрядному проміжку будуть формуватися та розпадатися

приелектродні шари, та в деяку частину періоду буде відбуватися іонізація газу. Критерієм низької частоти є мала відмінність характеристик розряду в «іонізуючу» частину напівперіоду від характеристик розряду постійного струму, що буває коли час формування приелектродних шарів та плазми, а також її розпаду, складає незначну частину напівперіоду зміни зовнішньої напруги. Зазвичай ці умови виконуються на звукових частотах нижче 1 кГц.

При підвищенні частоти $\omega_{\text{н}}$ на розряд впливають затримка формування розряду та затягування деіонізації плазми. Причому час формування менший за час деіонізації в декілька разів. Тому виникнення розряду буде відбуватися на фоні існування недеіонізованих після закінчення напівхвилі зовнішньої напруги часток, що залишились з попереднього напівперіоду. Це значно полегшує виникнення розряду на початку напівперіоду. Тому критерієм високої частоти можна вважати малу зміну концентрації заряджених часток в плазмі протягом періоду зміни зовнішньої напруги. Зазвичай цей критерій має місце при частотах вище 100 кГц.

Існують інші критерії високої частоти, наприклад, малі в порівнянні з відстанню між електродами чи стінками камери коливання електронів.

Можна обмежувати частоту ВЧ-діапазону зверху значенням, при якому стає помітною неоднорідність електричного поля вздовж електродів спричиненою скін-ефектом при співставності довжини хвилі λ_x та розміру камери.

На радіочастотах, так як і на низьких частотах, навколо електродів можуть створюватися приелектродні шари. Іони періодично бомбардують негативний електрод – катод, під їх дією емітуються вторинні електрони, що прискорюються в прикатодному шарі, як і в розряді постійного струму. Вони передають свою енергію плазмовим електронам та іонізують молекули газу. Таким чином, і на високих частотах відбувається своєрідна модуляція розряду, що пов'язана з почерговою роботою електродів в якості аноду та катода.

При збільшенні частоти знижується енергія електронів, що бомбардують катод. Вони не встигають пройти через шар просторового заряду за напівперіод, при цьому зменшується вихід вторинних електронів.

Так як електрони мають велику рухливість, вони досягають електроди та стінки камери, при цьому іони "залишаються на місці", створюючи шар позитивного заряду, з падінням напруги до кіловольта та вище. В цьому випадку має місце безперервне бомбардування електродів та стінок камери, що викликає вторинну іон-електронну емісію. Таким чином в ВЧ-розрядах катодні процеси можуть грати таку ж важливу роль, що і при розрядах з постійним струмом.

Але для ВЧ-розрядів характерним являються коливання електронів в плазмовій області через наявність знакозмінної зовнішньої напруги. Ці коливання спричиняють знаходження електронів в певній області простору та сповільнюють їх переміщення в напрямку частин індуктору, що виконують роль аноду. Збільшення часу життя вільних електронів збільшує ймовірність іонізацій молекул газу, що впливає на підтримування розряду. Дякуючи зіткненням та хаотизації руху електрони здатні набрати енергію достатню для іонізації в ВЧ-полях малої напруженості. Таким чином існує механізм ефективної генерації заряджених частинок плазмовими електронами, а для підтримання ВЧ-розряду потрібно набагато менша напруга, чим в випадку з розрядом на постійному струмі. В принципі, ВЧ-розряд на відміну від розряду постійного струму може існувати і без вторинних електродів, емітованих катодом, що підтверджуються наявністю безелектродних розрядів в змінному електромагнітному полі.

В розрядах Н-типу з індукційним збудженням кільцевий струм в плазмі є струмом плазмових електронів.

При ВЧ-розряді відбувається "качання" електронного газу розрядної плазми, тобто всієї сукупності електронів, яке зумовлено осциляцією окремих електронів.

Навколо витків індуктора утворюється шар просторового заряду, який їх екранує від плазми. Сумарна товщина шарів просторового заряду – порядку амплітуди коливань електронів в змінному полі.

4.2. Вплив підвищення частоти напруги живлення індуктору на збільшення напруженості поля навколо його витків

Розглянемо ситуацію, коли використовується індуктор для збудження плазми в паровому потоці молекул алюмінію в середовищі кисню. Живлення на індуктор подається з генератору ударного збудження, що працює на частоті 880 кГц. Це середньохвильовий діапазон, відповідна довжина хвилі ~ 341 м, при довжині спіралі індуктору ~ 2 м. Тобто хвильові процеси при такому співвідношенні довжин можна не враховувати, та індуктор можна розглядати, як звичайний електрод, який змінює свою полярність відповідно до фази напруги генератору V_r . Окрім того через індуктор протікає струм, що збуджує змінне магнітне поле навколо себе відповідно закону Біо-Савара-Лапласа

$$d\mathbf{B} = \mu_0/4\pi \cdot I/r^2 \cdot (d\mathbf{l} \times \mathbf{r}),$$

де $Id\mathbf{l}$ – лінійний елемент струму, I – сила струму, \mathbf{r} – радіус-вектор, проведений з елементу струму в точку поля, що розглядається. В свою чергу змінне магнітне поле збуджує електричне поле відповідно до рівняння Максвела (закон Фарадея)

$$\text{rot } \mathbf{E} = -d\mathbf{B}/dt ,$$

де \mathbf{E} – напруженість електричного поля, \mathbf{B} – вектор магнітної індукції. З рівняння видно, що чим швидше змінюється магнітне поле, тим більша напруженість електричного поля. Тобто при збільшенні частоти зміни вектору магнітної індукції зростає напруженість електричного поля.

Наочно це можна спостерігати на графіку Рис. 4.3, де зображені дві синусоїди напруженості магнітного поля, що відрізняються частотою (незамальовані квадратик та кружечок, $f_{\text{квадрат}} < f_{\text{кружечок}}$) та їх похідні (замальовані квадратик та кружечок).

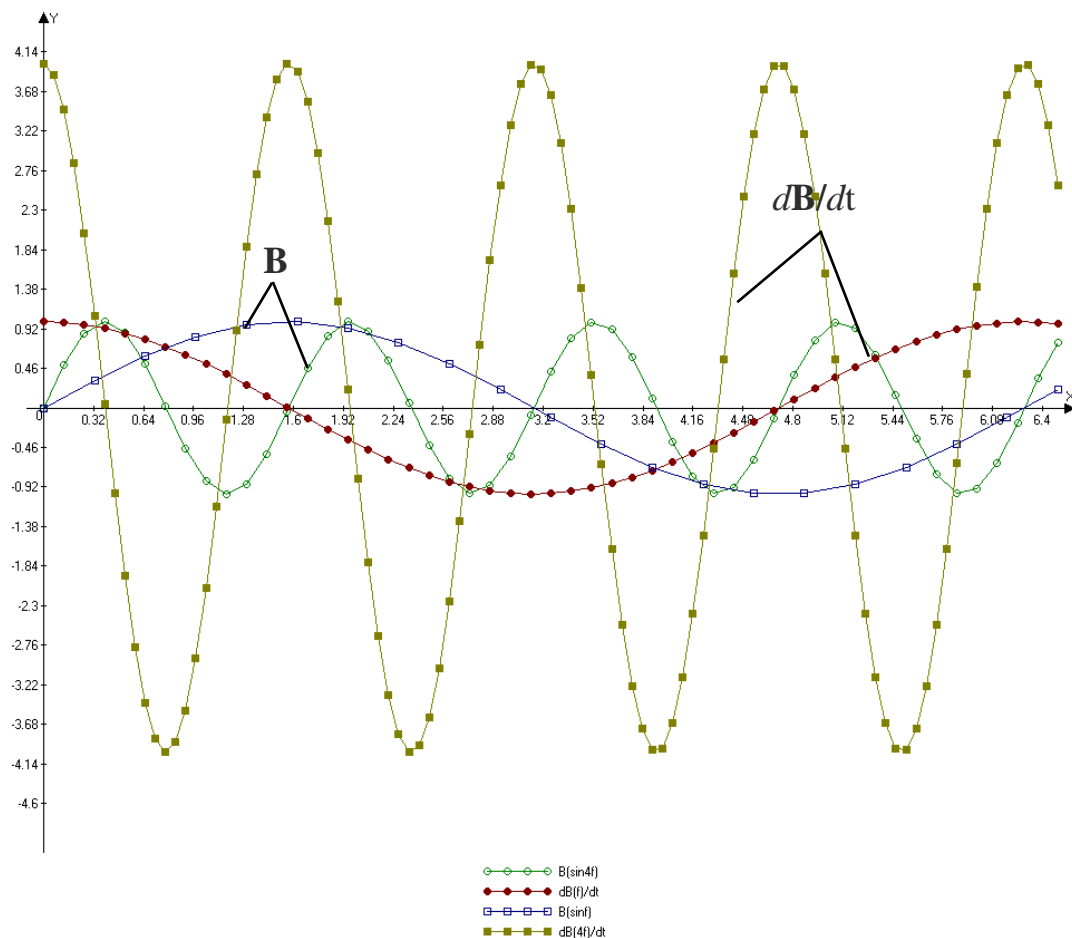


Рис. 4.3.

З Рис. 4.3 видно, що при однаковій амплітуді B отримується збільшення похідної вектору магнітної індукції зі збільшенням частоти зміни поля $d\mathbf{B}_1/dt > d\mathbf{B}_2/dt$, і відповідно до закону Фарадея напруженість вихрового поля \mathbf{E}_1 буде більшою за \mathbf{E}_2 . Таким чином, зі збільшенням частоти збільшується напруженість електричного поля, і вона може досягти величини достатньої для розряду.

4.3. Індукторна система – система з гібридним типом збудження розряду

Індуктори для збудження плазми в паровому потоці не можна розглядати, тільки як прилади для створення розряду Н-типу. Витки таких індукторів

розташовуються на відстані ~ 1 см (Рис. 4.4). Напруги, що прикладаються до нього і відповідно струми достатньо великі. Так якщо індуктивність індуктору ~ 1 мкГн, то імпеданс індуктору $X_L \approx 5,5$ Ом на частоті $f = 880$ кГц, при напрузі 900 В струм ≈ 164 А. Таким чином, напруга прикладена до індуктору (в залежності від конструкцій індуктору) розподіляється між його витками, що схематично зображено на Рис. 4.5, і між ними виникає напруженість електричного поля, яка пульсує від нульового значення до амплітудного, так як один вивід індуктора заземлений, а довжина хвилі ВЧ-коливань генератора набагато більша ніж довжина індуктора.

При $V_m = 900$ В між кільцями індуктора виникає напруга 300 В, а з урахуванням того, що при виникненні розряду основна частина падіння напруги падає в прикатодному шарі позитивного просторового розряду, а індуктор представляє собою "пульсуючий" електрод з розподіленим падінням напруги по всій довжині, то в один напівперіод він являється катодом, а інший – анодом.

На Рис. 4.6 зображена еквівалентна схема індуктору. Якщо довжина його трубки 1,7 м, діаметр – 5 мм, то його індуктивність буде порядку 1,5 мкГн, активний опір – 0,15 Ом. Для частоти імпульсів генератору 880 кГц, хвильовий опір буде прядку 8,5 Ом. Для переходу до еквівалентної схеми на зосереджених елементах, розбиваємо індуктор на 18 ланок (кількість ланок вибирається залежно від поставленої задачі та впливає на точність розрахунку та, відповідно, на час розрахунку).

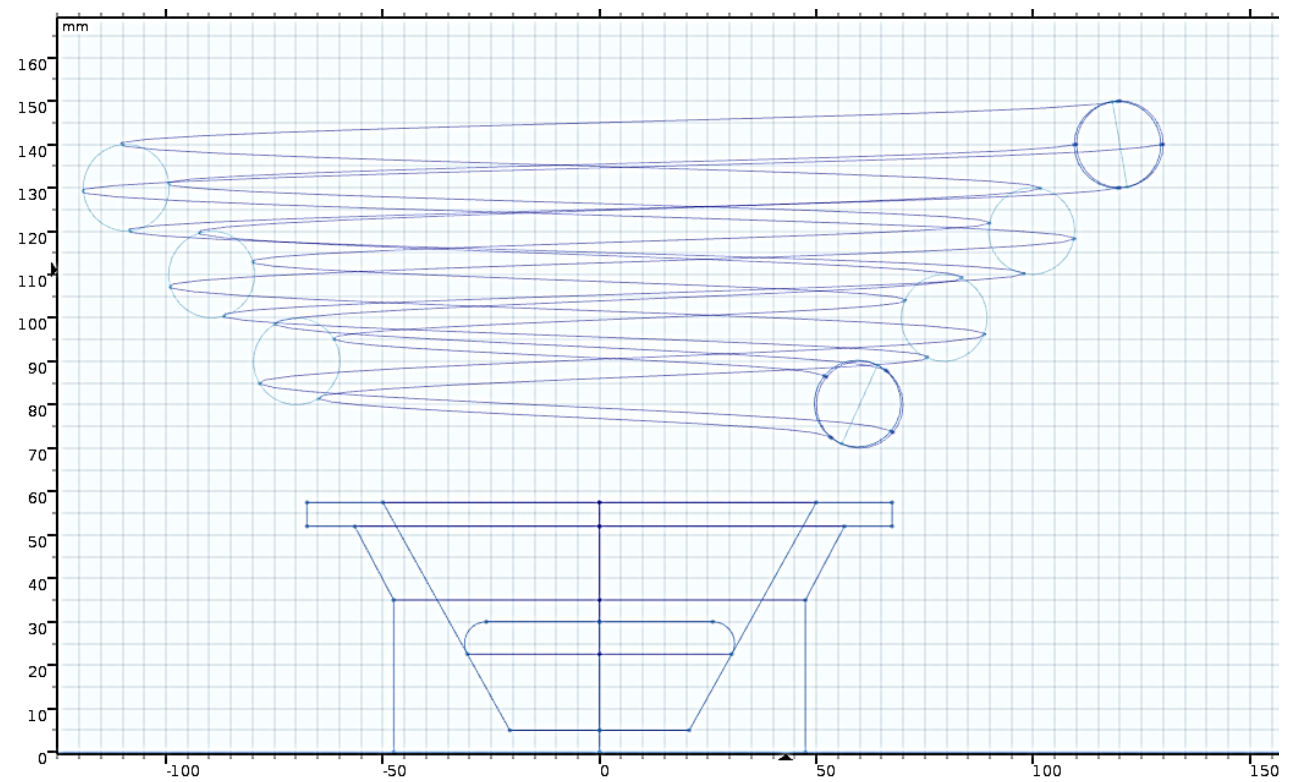


Рис. 4.4. Змодельована схема індуктора над тиглем

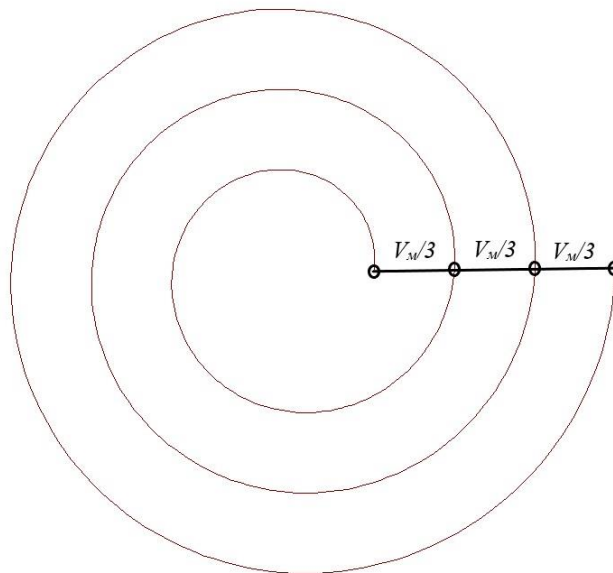


Рис. 4.5. Схемотехнічне зображення проекції спіралі індуктора.

Кожна ланка складається з хвильового опору індуктивності, активного опору та міжвиткової ємності, яка при виникненні розряду перетворюється на ємність між індуктором та плазмою. В нашому випадку при відстані між витками 5 мм вона є порядку 0,1 пФ, а між плазмою та індуктором при товщині темного катодного простору 1,5 мм – 0,3 пФ. І відповідно ємнісний опір порядку 10 ГОм та 0,3 ГОм, тобто вплив міжвиткової ємності незначний. Параметри кожної ланки отримуються діленням на 18 величин індуктивного, активного та ємнісного опорів.

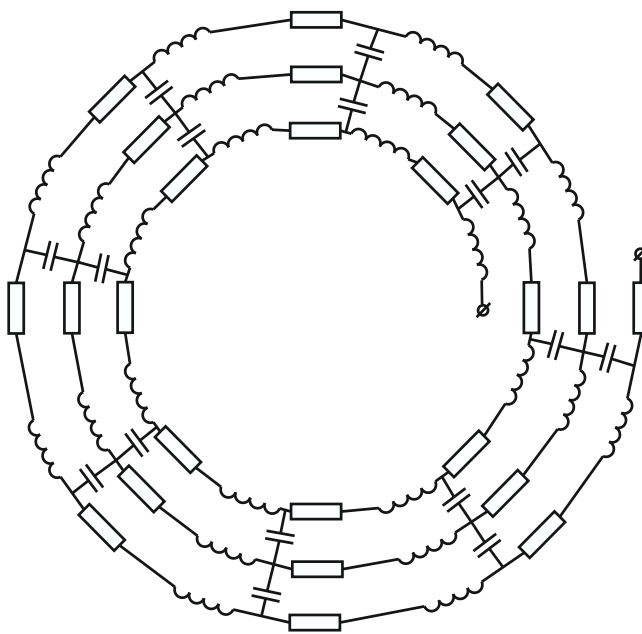


Рис. 4.6. Еквівалентна схема індуктору

Площа індуктору значно менша за площу заземленої технологічної камери $S_I \ll S_{\text{кам}}$, відповідно, якщо індуктор під'єднаний до генератору через ємність, то із-за малої площі індуктора на ньому буде негативна напруга зміщення, викликана тим, що струм через плазму обмежується іонним струмом через більший за площею електрод. Ця ситуація дещо спрощується із-за розміщення індуктору поодаль від стінок технологічної камери, тому плазма не контактує зі стінками. В такому випадку можна вважати, що електродна система включає в

себе тільки індуктор, як електрод з розподіленим падінням напруги, без врахування впливу камери та $S_{\text{Іанод}} \approx S_{\text{Іканод}}$, і при наявності послідовного з'єднання індуктора з генератором через конденсатор, на останньому не буде виникати негативна напруга зміщення, яка сприятиме іонному бомбардуванню в більшу частину періоду [147, 55].

Таким чином, індуктор для генерації плазми з парового потоку в вакуумних установках являється пристроєм з гібридною формою збудження Е та Н розрядів. Конфігурація полів в зоні розташування індуктору має складний вигляд. На Рис. 4.7 зображено розподіл векторів магнітної індукції та напруженості електричного поля і їх еквіпотенціалей в площині перпендикулярній індуктору та тиглю.

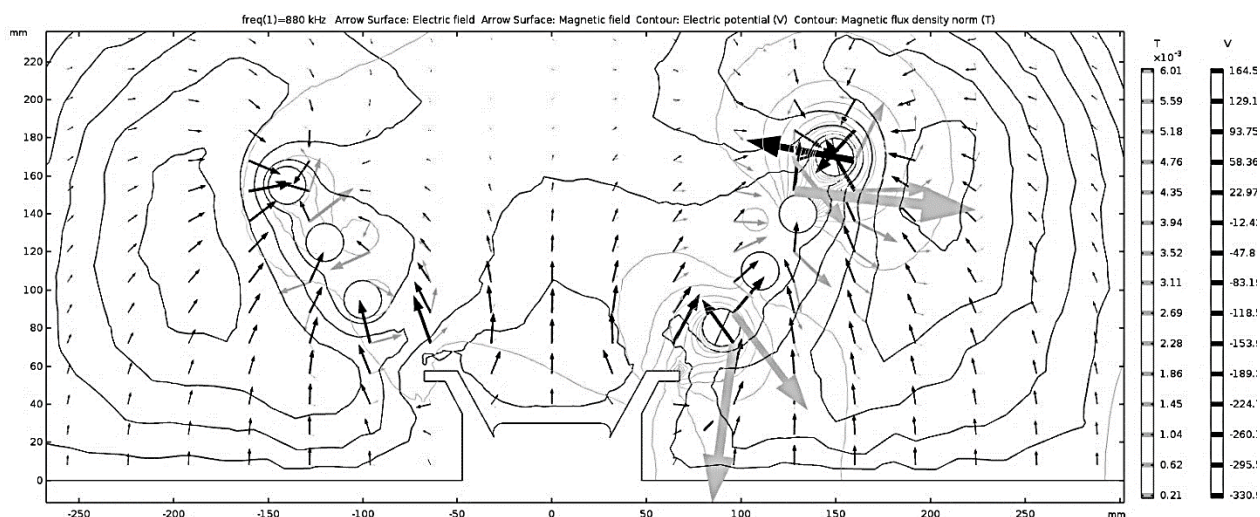


Рис. 4.7. Розподіл векторів магнітної індукції та електричного поля і їх еквіпотенціалей в площині перпендикулярній індуктору та тиглю.

В зоні поблизу кілець індуктору вектори електричного Е та магнітного В полів розташовуються під кутом один до одного, і з наближенням до самого індуктору кут наближується до 90° . Таким чином розряд в індукторі є не просто розряд Н-типу, а являється розрядом в схрещених полях, в яких умови збудження розряду більш ефективні, і при живленні індуктору ВЧ-генератором можуть виникати дуги між його витками. Тому доцільно використовувати імпульсне живлення індукційного розряду для пригнічення дугоутворень.

4.4. Висновки до розділу 4

1. Проведено аналіз збудження плазми в системі змінних схрещених $E \times H$ полів в вакуумному середовищі, де розглядались розряди E, H та гібридного типу.
2. Розглянуто індукторну систему збудження розряду та встановлено, що індуктори розташовані над тиглем для іонізацій парового потоку, не являються пристроями для збудження розряду тільки H-типу. В них створюється розряд гібридного типу, з розподіленням по всій довжині електродом, між витками якого існує електричний потенціал, причому лінії електричного поля перетинаються з лініями магнітного поля в складній конфігурації.
3. Запропонована еквівалентна схема індуктору, де він не є "пульсуючий" електрод з розподіленням падінням напруги по всій довжині, а замінений ланками на зосереджених елементах, що складаються з індуктивності, ємності та опору. Це спрощує розуміння та моделювання процесів, які відбуваються в розряді та ланцюгах живлення індуктору.
4. При імпульсному живленні індуктору пригнічується створення дуг між його витками, що призводить до стабільного горіння розряду під час технологічного процесу.

РОЗДІЛ 5. ІМПУЛЬСНА СИСТЕМА ЗБУДЖЕННЯ РОЗРЯДУ В СХРЕЩЕНИХ ПОЛЯХ ПРИ ТЕРМО- ІОННОМУ ОСАДЖЕННЯ ПОКРИТТІВ З РОЗГАЛУЖЕНОЮ ПОВЕРХНЕЮ

5.1. Експериментальна установка імпульсного термоіонного осадження плівок з розгалуженою поверхнею.

Для отримання розгалуженої поверхні використовувалось імпульсне реакційне термоіонне осадження тонких плівок при якому активні газу вступають у реакцію з матеріалом, який випаровується.

На морфологію та вміст покриття впливають різноманітні фізичні явища, такі як дисоціація, перезарядка, хімічні реакції, що відбуваються, як на поверхні створення плівки, так і просторі між нею та джерелом початкового матеріалу. На інтенсивність цих фізичних та хімічних процесів особливо впливає ступінь іонізації плазми, її зміна в часі. Така система являється багатопараметричною. Це ускладнює детальне розуміння процесів, що протікають в плазмі та на поверхні, на яку наносять покриття, але в той же час розширюється діапазон операційних параметрів шляхом вибору умов, які забезпечують домінуючу роль конкретних процесів в плазмі та на поверхні об'єкту напылення.

Обладнання, яке використовується при отриманні таких покриттів, може бути традиційним, що і при звичайному термоіонному осадженні. Схема такої установки зображена на Рис. 5.1. Так для отримання парової фази Al був використаний електронно-променевий випарник з гарматою, що має термокатод прямого розжарювання 5. Такий випарник дозволяє отримувати велику щільність пару, але при цьому не досягається швидкості атомів пару та ступеню його іонізації, які одержуються катодним розпиленням. Збільшення ступеню іонізації забезпечував індуктор 4, на який подавалась напруга з імпульсного генератору 6, що має протяжність імпульсів 0,5 мкс при частоті слідування 880 кГц або генератору ВЧГ4-4/27 з частотою коливань 27,12 МГц. Іонізований

пар-плазма 3 розповсюджується в напрямку підкладкоутримувача з підкладками 1, на який подавалась напруга зміщення, та осаджується на них. В установці проводилось випаровування алюмінію в середовищі кисню, який напускався через натікача, щоб отримати тонкі плівки конденсату Al-O.

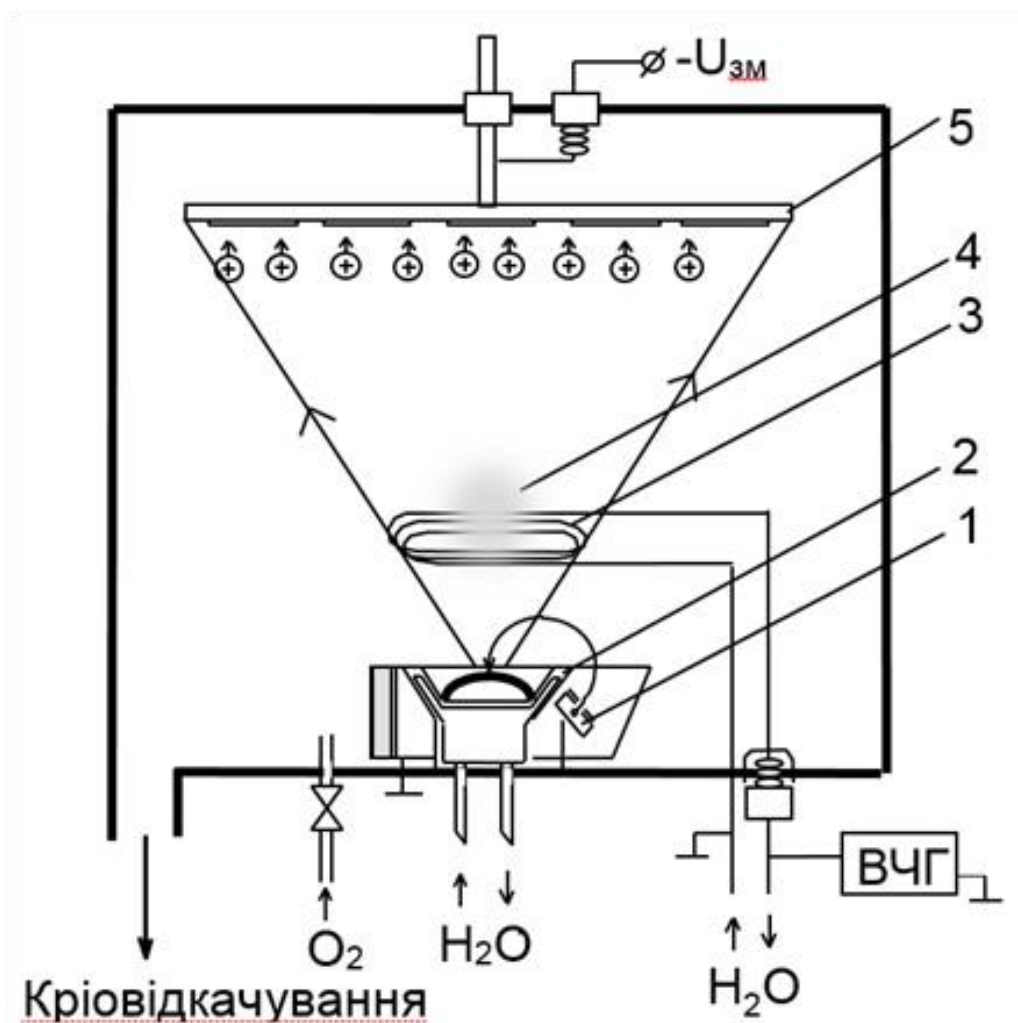


Рис. 5.1. Схема установки реакційного імпульсного іонного осадження тонких плівок: 1 – електронно променева гармата; 2 – водоохолоджуваний тигель; 3 - індуктор; 4 - плазма; 5 - підкладкоутримувач зі зразками; ВЧГ – імпульсний або ВЧ генератор для збудження плазми.

5.2. Технології дослідження структур тонких плівок, що утворились при реакційному термоіонному осадженні алюмінію в середовищі кисню на алюмінієву конденсаторну фольгу.

Для збільшення питомої ємності АКФ на її поверхню осаджувався шар конденсату Al-O методом імпульсного термоіонного осадження зі збудженням розряду в схрещених полях.

В зв'язку з тим, що поперечні розміри АКФ знаходяться в мікронному діапазоні, фольга погано піддається механічній обробці при отриманні зразків для дослідження структур нанесених на неї плівок, виникла потреба розробки спеціальної методики їх виготовлення.

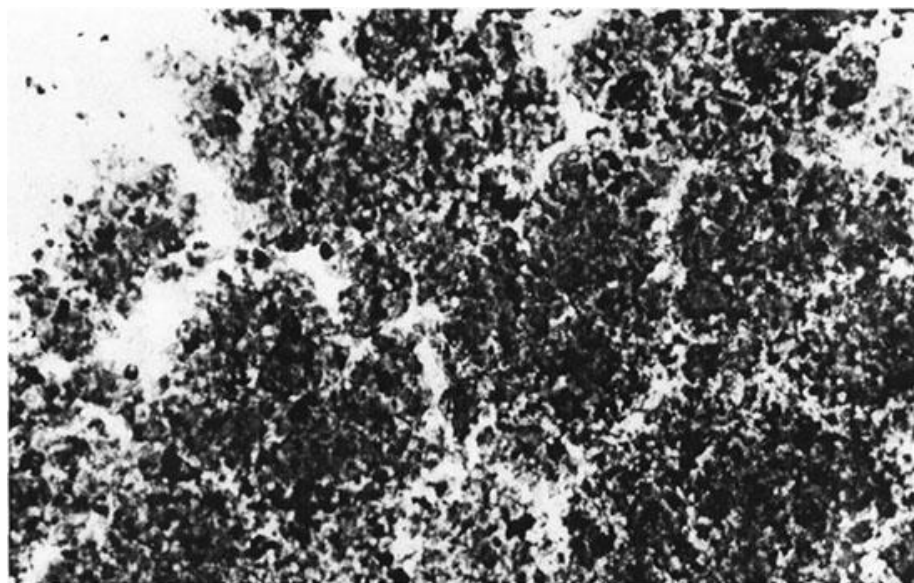
Відпрацьовано та апробовано методику дослідження зразків конденсатів Al-O в просвічуючому мікроскопі. Апробовано два способи виготовлення об'єктів (тонких фольг) для дослідження методом просвічуючої електронної мікроскопії: планарний та поперечний. Виготовлення зразків для поперечного варіанту повинно включати: склеювання епоксидною смолою зразків конденсату на фользі між двома кремнієвими шайбами, поперечний зріз товщиною 0,5 мм за допомогою алмазного диску, механічну шліфовку та поліровку, і завершальне іонне поліруюче стоншення до товщини ~ 1000 Å. Проте чи від малої механічної міцності, чи від слабкої адгезії між конденсатом та фольгою зразки неодноразово розломлювались на етапі шліфовки та поліровки. Таким чином, не вдалось виготовити зразки для поперечного дослідження структур конденсатів Al-O, що утворились на АКФ. Інша методика – виготовлення планарних зразків АКФ з конденсатами, більш проста і успішно випробувана. Були підібрані оптимальні режими іонного травлення зворотної сторони алюмінієвої фольги, котрі дозволили отримати тонкі ділянки конденсату без руйнувань і в подальшому використовувались для досліджень в електронному мікроскопі.

Результати досліджень представлені на Рис. 5.2– Рис. 5.5. Досліджувався зразок конденсату, що утворився на гладкій АКФ типу ГЛ товщиною 20 мкм, який має максимальне значення початкової ємності $C_0 = 60000$ мкФ/дм². Знімок

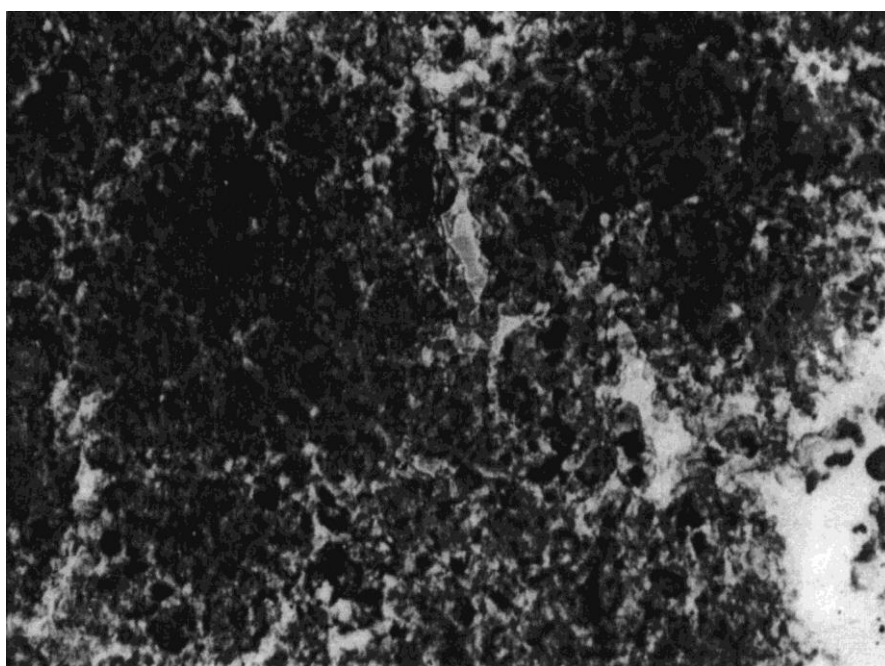
мікроструктури за допомогою растрового мікроскопу зображено на Рис. 5.7. Зразок має “дендритну” мілкоглобулярну структуру. Розміри кристалітів, що зрослись в дендрити, складають $\sim 2000 - 5000$ А. Просвічуюча електронна мікроскопія показує, що ці кристаліти мають свою власну структуру і складаються з субзерен $\sim 100 - 700$ А. Це видно на дифракційному електронно-мікроскопічному зображенні в режимі темного поля (Рис. 5.4). Електронограма конденсату (Рис. 5.5) дозволяє провести фазовий аналіз: присутні тільки лінії Al-фази. Оксидних фаз алюмінію не виявлено, що підтверджує данні рентгеноструктурного аналізу.

Вигляд електронно-мікроскопічних знімків свідчить про те, що в поверхневому шарі конденсату між окремими кристалітами існують глибокі мікропори, що виходять на поверхню, з поперечним розміром до ~ 1000 А. Мікропори менших розмірів також видно і в об’ємі окремих кристалітів.

Дослідження характеристик анодних плівок алюмінію ГЧ та рентгенівськими променями потребують створення зразків на монокристалічній підкладці, наприклад, кремнієвій. В даній роботі була вивчена можливість отримання подібних зразків. На підкладку з монокремнію з однієї сторони наносився методом термоіонного осадження конденсат алюмінію, який електролітично анодувався по стандартній методиці (електроформовці).

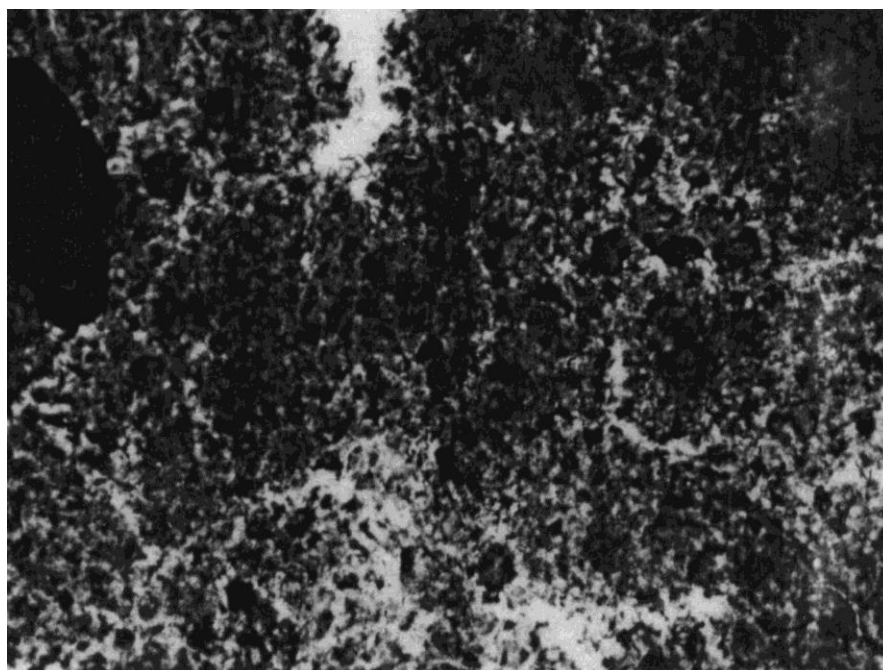


0,2 мкм



0,2 мкм

Рис. 5.2. Електронно-мікроскопічні зображення фрагменту конденсату Al - O



0,2 мкм

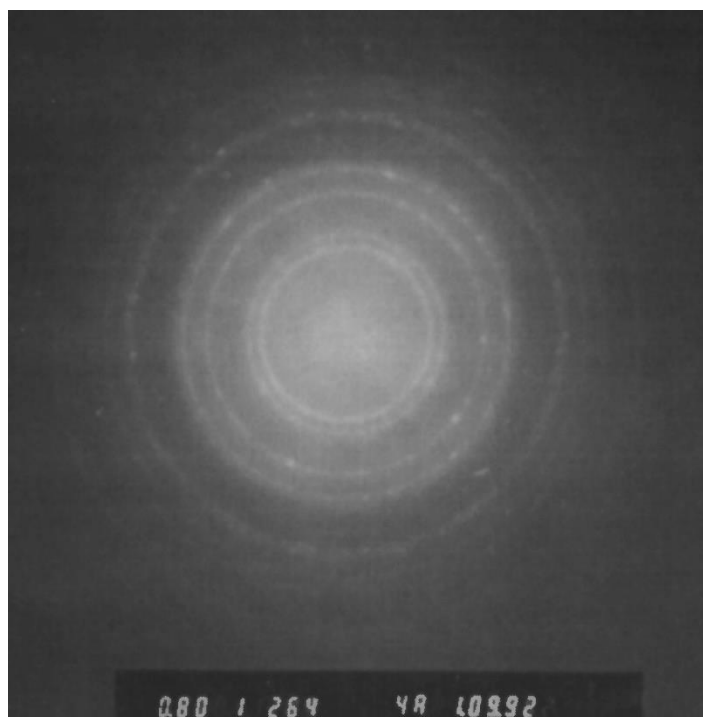


Рис. 5.3. Електронно-мікроскопічні зображення фрагменту конденсату Al – O та мікродифракції.



0,1 мкм

Рис. 5.4. Електронно-мікроскопічні зображення фрагменту конденсату Al – O (темне поле).



№ лінії п/п	$d_{(hkl)}$	HKL	Фаза
1	2,33	(111)	Al
2	2,02	(200)	Al
3	1,43	(220)	Al
4	1,22	(311)	Al
5	1,01	(400)	Al
6	0,92	(331)	Al
7	0,83	(422)	Al
8	0,78	(511)	Al

Рис. 5.5. Електронограма конденсату алюмінію

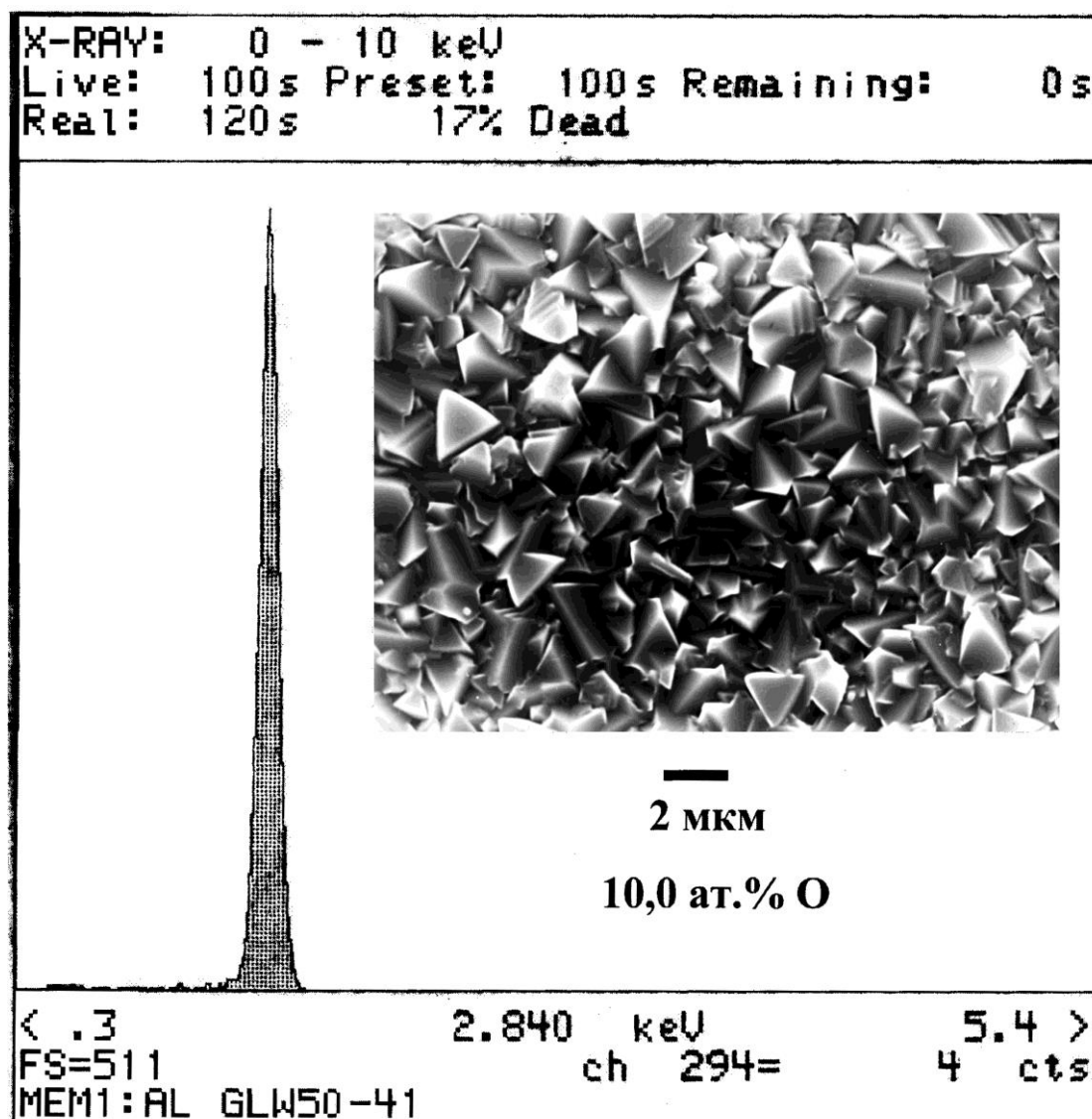


Рис. 5.6. Мікроструктура та елементний склад конденсату Al-O при $P_{O_2}/V_k = 3,3 \cdot 10^{-2}$ Па·хв./мкм.

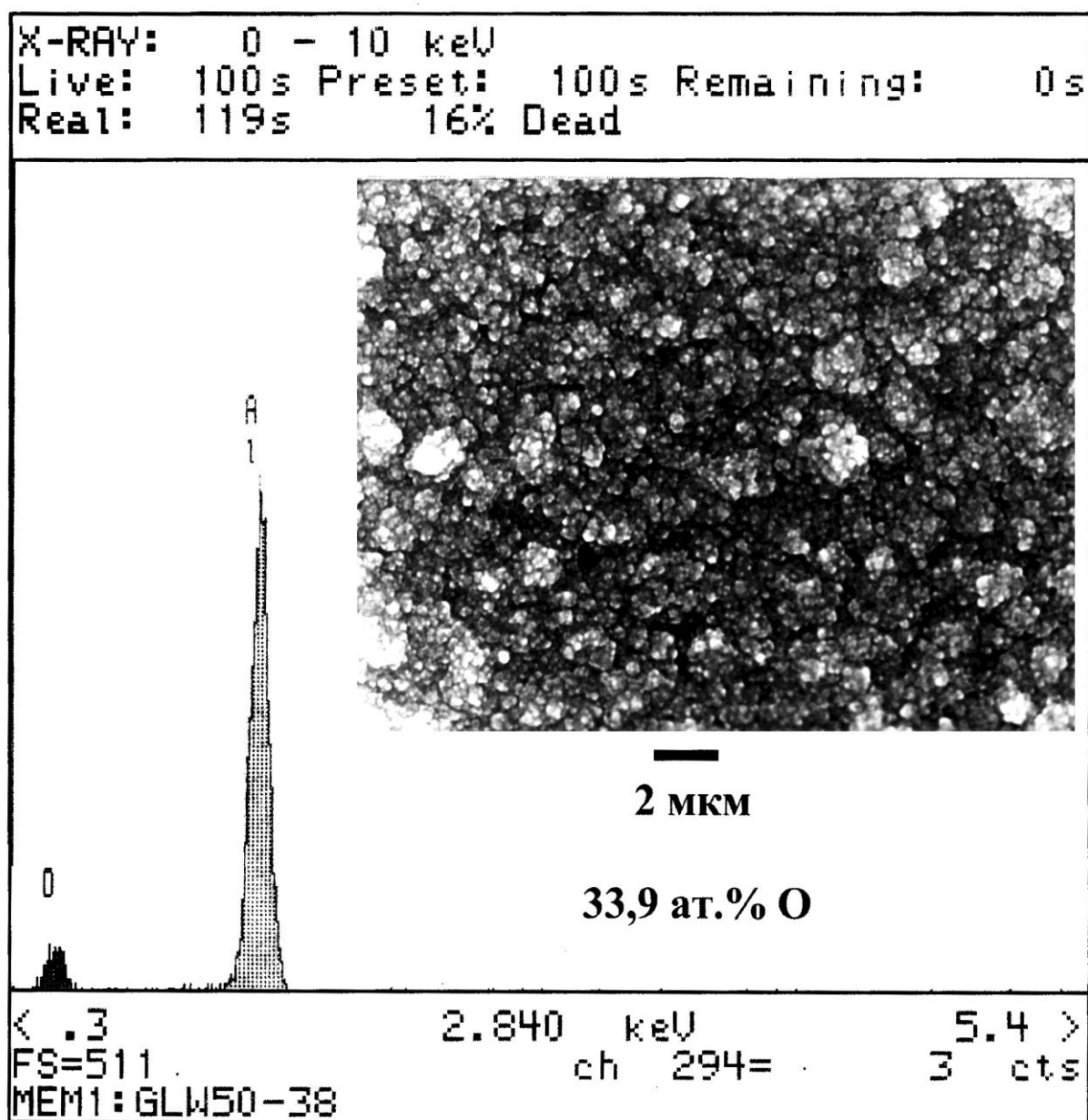


Рис. 5.7. Мікроструктура та елементний склад конденсату Al-O при $P_{O_2}/V_k = 9,6 \cdot 10^{-2}$ Па·хв./мкм.

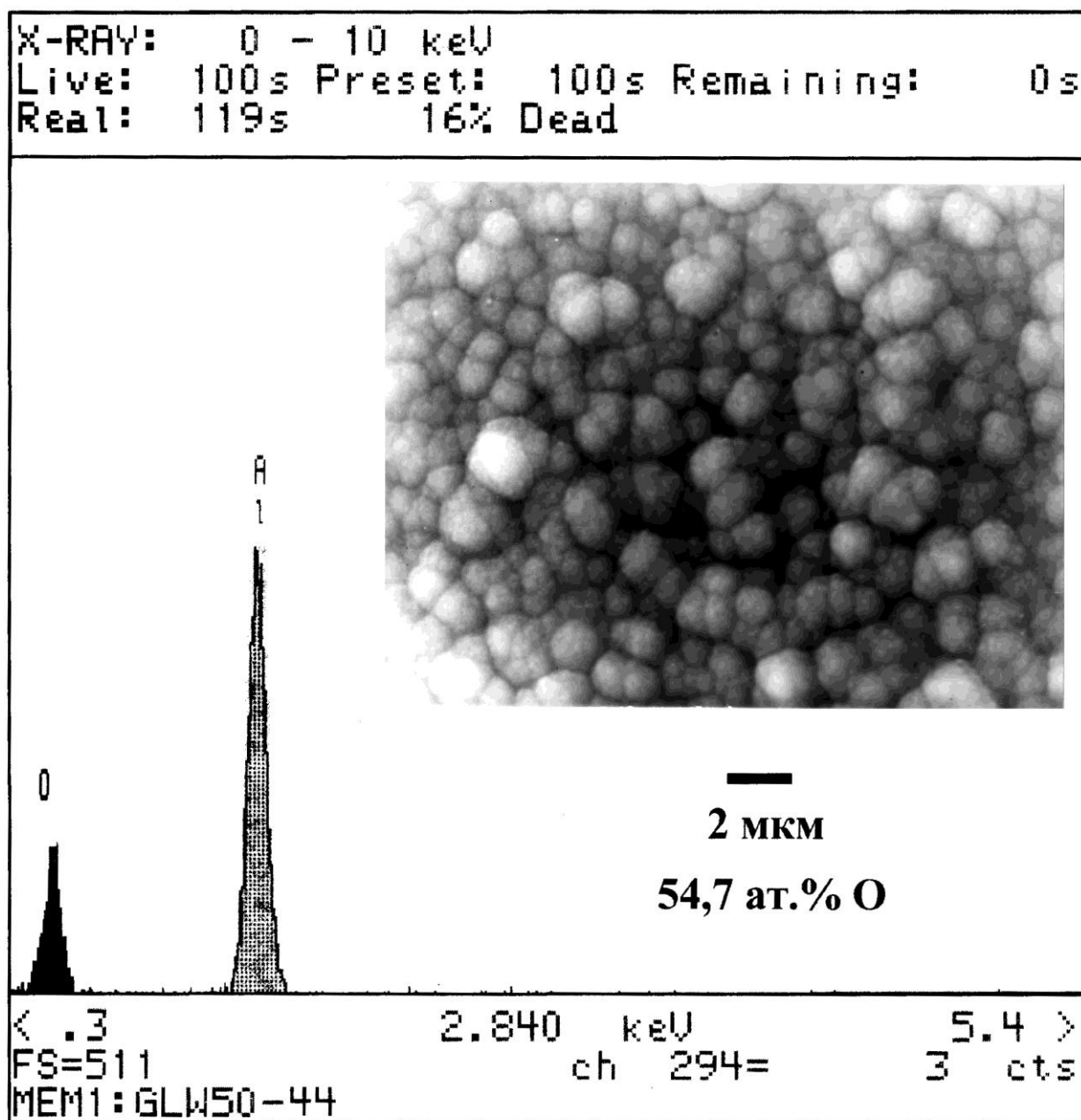


Рис. 5.8. Мікроструктура та елементний склад конденсату Al-O при $P_{O_2}/V_k = 2,1 \cdot 10^{-1}$ Па·хв./мкм.

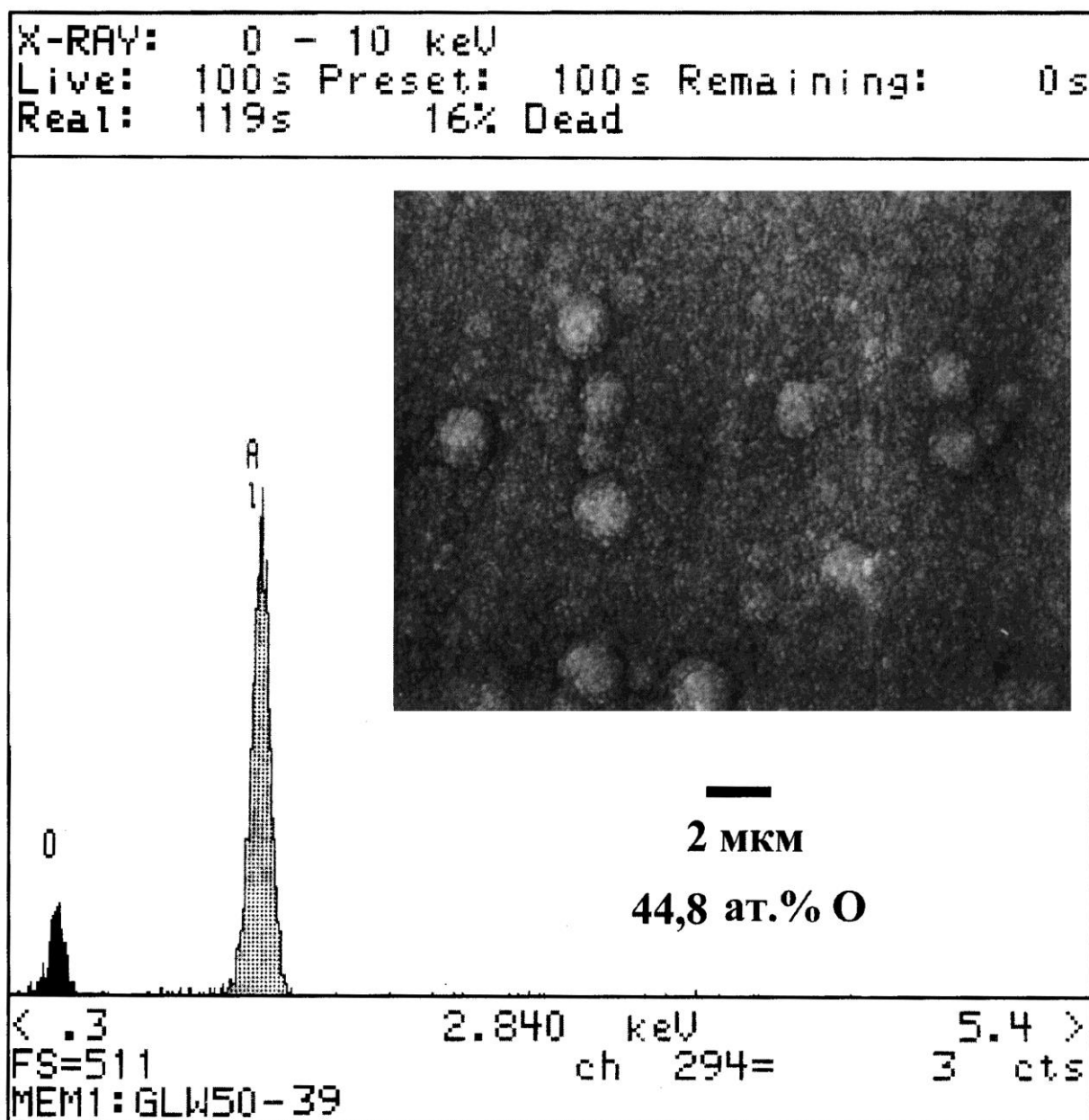


Рис. 5.9. Мікроструктура та елементний склад конденсату Al-O при $P_{O_2}/V_k = 4,5 \cdot 10^{-1}$ Па·хв./мкм.

Потім зразки використовувались для вимірювання ємності електролітичних конденсаторів, підкладка служила анодом, і проведення ІЧ-спектрального і рентгеноструктурного аналізу.

В Таблиця 5.1 приведені результати вимірювання ємності анодних плівок алюмінію на кремнієвих підкладках, де №1 ÷ 6 - зразки конденсату Al - O на кремнієвій підкладці, №7 - АКФ типу АН, №8 - відформована цехова фольга, P_{O_2} - тиск кисню в процесі нанесення покриття, C_0 та C_f - ємності фольги до формовки та після неї. Формовка відбувалась при напрузі 20 В, в електроліті №24, струм формовки на кремнії – 20 мА, на фользі – 100 мА. Розміри зразків – $2 \times 5 \text{ см}^2$. Ємність зразків на кремнії множилась на 2, так як плівка була нанесена на одну сторону. Напруга набору для всіх зразків ~ 20 В.

Таблиця 5.1

Ємності анодних плівок алюмінію на кремнієвих підкладках.

№	P_{O_2} , Па	До формовки		Після формовки		$t_{\text{форм}}$, хВ	$I_{\text{залишковий}}$, мА
		C_0 , мкф/зр	$\text{tg } \delta$	C_f , мкф/зр	$\text{tg } \delta$		
1	$2 \cdot 10^{-3}$	108	20	20	50	5	2
2	$5 \cdot 10^{-3}$	460	26	50	32	13	2
3	$1 \cdot 10^{-3}$	34	100	24	80	7	2
4	$1 \cdot 10^{-2}$	700	38	100	37	12	2
5	$5 \cdot 10^{-2}$	1400	62	100	62	16	2
6	$1 \cdot 10^{-1}$	140	34	34	41	5	2
7	—	820	34	240	25	20	2
8	—	300	15	280	15	10	1

Аналіз результатів по вимірюванню ємності показує, що зразки анодів, отриманих на кремнієвій підкладці, тільки в два рази поступаються серійним по ємності і в них більш високий тангенс втрат. Найбільшою ємністю відрізняються зразки, що отримані при тиску кисню підчас осадження $\sim 0,01 \div 0,05$ Па.

Таким чином, можна зробити висновок про те, що дана методика може бути використана для отримання зразків на монокристалічній підкладці з метою проведення ІЧ - спектрального та рентгеноструктурного дифрактометричного аналізу.

Проведені дослідження показують, що на гладкій і крацованій фольгах з вакуумним напиленням конденсату алюмінію по методу імпульсного реакційного термоіонного осадження можливо отримати ємності всього в два-три рази менше ємностей, отриманих на травлених фольгах. На травленій фользі з алюмінієвим конденсатом питома ємність значно вище і може перевершувати ємність травленої фольги без конденсату. Недоліком фольг з напиленням шаром алюмінію являються більш низькі напруги пробою.

5.3. Характеристики покриттів з розгалуженою поверхнею, які отримані реакційним іонним осадженням.

Напилення конденсатів Al - O проводилось відповідно до методики описаної в пункті 2.2. **Ошибка! Источник ссылки не найден..** В камері підтримувався постійний тиск кисню в кожному експерименті. Діапазон тисків кисню в дослідженнях був в межах $10^{-1} - 10^{-3}$ Па.

В якості підкладок використовувались поліровані пластини кремнію типу КДБ-10 (100) та гладку алюмінієву фольгу товщиною 50 мкм. Товщина покриття Al-O складала $3 \div 16$ мкм. Отримані покриття досліджувались методами растрового електронного мікроскопу, просвічуючого електронного мікроскопу, електронної дифракції, рентгеноструктурного аналізу, рентгенівського емісійного аналізу з електронним збудженням та шляхом вимірювання питомої ємності зразків в електроліті [15, 21].

Дослідження отриманих зразків методом растрового електронного мікроскопу показали, що при зміні тиску кисню, який напускався, морфологія їх поверхні суттєво змінюється: від граненої з відносно великими кристалітами (Рис. 5.6) до глобулярної структури з мікро- та нанoeлементами (Рис. 5.7). Аналіз елементного вмісту покриття методом рентгенівського емісійного мікроаналізу показав, що при значеннях $P_{O_2}/V_k = (1,4 \div 3,3) \cdot 10^{-2}$ Па·хв/мкм концентрація кисню в конденсатах знаходиться в межах 10,0 - 13,5 ат. %, а при $P_{O_2}/V_k = (1,0 \div 4,5) \cdot 10^{-1}$ Па·хв/мкм – відповідно, 33,9 - 54,7 ат. %. Тут P_{O_2} – парціальний тиск кисню, V_k – швидкість конденсації (осадження покриття). Таким чином для конденсатів з меншим вмістом кисню характерна гранена мікроструктура поверхні, а для конденсатів з більшим вмістом кисню – глобулярна. На Рис. 5.6 - Рис. 5.9 також видно, що зі збільшенням P_{O_2}/V_k та, відповідно, концентрації кисню в покриттях, розмір глобул практично не змінюється, а розмір окремих елементів мікроструктури, з яких вони складаються, зменшується [15, 21].

На Рис. 5.10 показані характерні типи рентгенограм досліджених покриттів. Потрібно відмітити, що рентгенографічно реєструються тільки дифракційні лінії Al - фази. Разом з тим, як видно на Рис. 5.10, зі збільшенням вмісту кисню в конденсатах інтенсивність рентгенівських ліній зменшується і вони суттєво розширюються. Цей результат добре узгоджується з даними досліджень мікроструктури плівок, що свідчить про зменшення розмірів областей когерентного розсіювання рентгенівського випромінювання (зерен та субзерен). Зменшення ж інтегральної інтенсивності дифракційних ліній свідчить про те, що кількість Al - фази зменшується в конденсатах при збільшенні тиску кисню під час осадження. Дослідження деяких зразків покриттів методом просвічуючої електронної мікроскопії та дифракції електронів також показали наявність в конденсатах тільки однієї кристалічної фази – алюмінію [15, 21].

Наявність в деяких зразках великої кількості кисню, порівняного з вмістом останнього в оксиді алюмінію, та відсутність дифракційних ліній оксидної фази

свідчать про те, що кисень, можливо, зв'язаний в деякій аморфній фазі [15, 21]. Аналогічні закономірності спостерігали автори роботи [115, 116, 112, 111, 110].

Фізико-технологічні умови, при яких проводилось осадження конденсатів Al – O, складають конгломерат факторів, що впливає на властивості плівок. Як і в [115] були отримані світлі, сірі та чорні плівки в залежності від тиску залишкового газу, але на відміну від [115] на рентгенограмах зразків не було виявлено ліній окислу Al_2O_3 . В [115] утворення Al_2O_3 пов'язувалось з тим, що в умовах низьковакуумної конденсації процеси окислення алюмінію на сколах кам'яної солі інтенсифікуються, ймовірно, в результаті каталітичної дії лужно-галоїдного з'єднання та води, в наслідок чого з'являється утворення стійких кристалічних модифікацій Al_2O_3 на границі плівка-підкладка в процесі формування чорних та сірих плівок. Крім того, можливо, в нашому випадку застосовувався кріосорбційний насос, що не давав в камеру зворотний потоків масл, які могли б утворювати на поверхні центри конденсації окислу Al_2O_3 .

Як вказувалось вище, Al_2O_3 присутній в гранульованих конденсатах чорних та сірих плівок і знаходиться в міжгранульному просторі в аморфній фазі.

Механізм утворення таких гранульованих структур пов'язаний з конкурентним ростом зерен металу та міжзернових окислів, що заторможують рекристалічні процеси, які проходять при збільшенні товщини плівки. Дисперсність залежить від щільності зародків на початковій стадії росту плівки, кількість яких в свою чергу збільшується з підвищенням тиску реактивного газу. Газові молекули, очевидно, адсорбуються на дефектах та неоднорідностях поверхні конденсації і обмежують ріст металевих зерен, тобто скупчення молекул газу відбувається в міжзерновому просторі з утворенням прошарків, в яких можуть інтенсивно відбуватись процеси дисоціації та хімосорбції. Прошарки можуть постачатися молекулами кисню за рахунок поверхневої дифузії по поверхні зерен та об'ємної дифузії з об'єму зерен. В процесі напилення такі прошарки твердого газу постійно замуруються молекулами алюмінію і в них, судячи з рентгеноструктурного та дифракційного аналізів, утворюється окис алюмінію в аморфній фазі. Осадження Al_2O_3 стехіометричного вмісту з газової

фази малоімовірне, бо потребує більших потоків кисню по відношенню до потоків алюмінію. Алюміній легкоплавкий матеріал і має температуру плавлення ($T_{\text{пл}}$) $660,1^{\circ}\text{C}$, тобто процеси, що проходять на поверхні під час осадження, відбуваються в умовах коли $T_{\text{п}}/T_{\text{пл}} \geq 2/3$ ($T_{\text{п}}$ - температура підкладки), що зумовлює коагуляційні процеси на поверхні з утворенням глобул і об'ємної дифузії з пересиченого розчину металу атомів газу до міжзернових прошарків поряд з поверхневою дифузією [15, 21].

Якісні дослідження розгалуженості поверхні покриттів проводились в даній роботі методом вимірювання питомої ємності C_0 зразків при розміщенні їх в електроліті та при нульовій напрузі зміщення. На Рис. 5.11 показана характерна залежності C_0 від параметру $P_{\text{O}_2}/V_{\text{к}}$ для різних типів гладких фольг. Максимум на кривій відповідає сірим конденсатам і мікроструктурі, що показана на Рис. 5.7 [15, 21].

Колір конденсатів говорить про властивості поглинання електромагнітного випромінювання в діапазоні видимого спектру. Максимальне поглинання відбувається при попаданні видимого випромінювання на чорні конденсати, при цьому, як вказувалось раніше максимальна питома ємність припадає на сірі, що пов'язано з проникною здатністю електроліту.

Потрібно особливо відмітити, що подібна мікроструктура покриттів формується незалежно від якості вихідної поверхні підкладки та її розгалуженості (шершавості). Питома ємність C_0 зразків досягає значень близько 150 мкФ/см^2 . Такі конденсати є пористими з дуже розгалуженим мікро-, нанорельєфом поверхні. Для порівняння можна відмітити, що питома ємність гладкої алюмінієвої фольги, виміряної по аналогічній методиці, складала $C_0 = 0,6 \text{ мкФ/см}^2$.

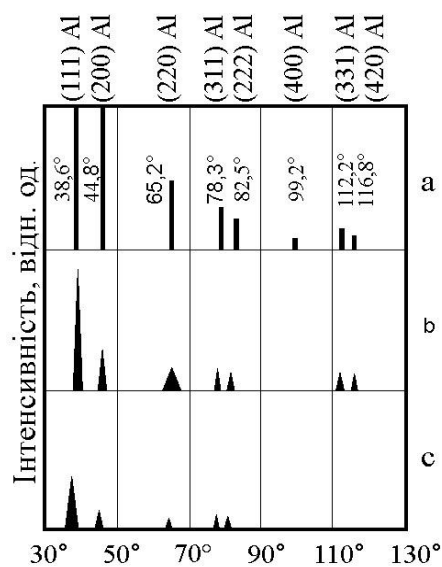


Рис. 5.10. Штрих-діаграми рентгенівських дифрактограм конденсатів системи Al–O (випромінення $\text{CuK}\alpha$). P_{O_2}/V_k , Па·хв/мкм: а - $3,3 \cdot 10^{-2}$, б - $9,6 \cdot 10^{-2}$, с - $4,5 \cdot 10^{-1}$

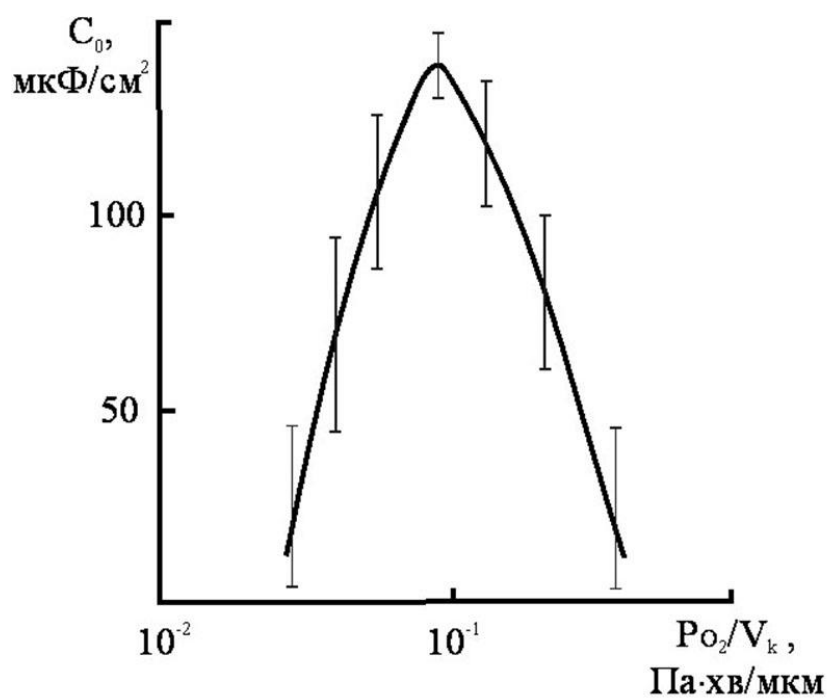


Рис. 5.11. Залежність питомої ємності зразків C_0 від параметру P_{O_2}/V_k

Таким чином, на основі отриманих результатів можна зробити висновок, що реакційне іонне осадження є ефективний методом отримання розгалужених покриттів системи Al - O. Максимально розвинений рельєф поверхні таких конденсатів відповідає глобулярній мікроструктурі, а фазовий вміст - кристалічній фазі алюмінію та аморфній окислу алюмінію.

5.4. Дослідження впливу методу напилення і матеріалу покриття на параметри анодної конденсаторної фольги.

Утворення плазми, її іонізація, концентрація пару, швидкість осадження та інші параметри відрізняються при різних способах нанесення тонких плівок на поверхні, що впливає на їх утворення і відповідно на властивості. Для нанесення конденсату на АКФ використовувались два імпульсні методи з утворенням плазми в схрещених полях – індукційний та магнетронний. Методика нанесення покриттів термоіонним методом була описана вище. Магнетронний метод здійснювався за допомогою планарного прямокутного магнетрону. В якості мішені використовувалась мішень з алюмінію марки А1.

Мішень магнетрону та зразки розміщувались на відстані близько 140 мм, довгі сторони мішені та зразків були розміщені паралельно. Кут, який складала лінія, що з'єднувала центр мішені та центр зразка, з нормаллю до поверхні, приблизно рівний 45° . Можна умовно прийняти цю величину за середній кут падіння атомів алюмінію на поверхню конденсації, проте, насправді, із-за розсіювання атомів алюмінію в газі кут падіння може змінюватись в широких межах. В якості робочого газу використовувався аргон. В окремих експериментах додавався азот. Під час напилення підкладки були нерухомі.

Для визначення ступеню розгалуженості поверхні, доцільно використовувати електрохімічний спосіб визначення питомої ємності поверхні, так як площа поверхні знаходиться в прямопропорційній залежності від її ємності.

Формовка та вимірювання ємності анодованої фольги здійснювалась за допомогою “RC – метра – відео 02”. Для формовки використовувався електроліт типу 24 А, напруга формовки – 10 В. Формовка гладкої фольги типу ГЛ здійснювалась в потенціалостатичному режимі при напрузі 10 В на протязі 4 хв. Формовка крацовано-травленої фольги типу КРТН та травленої фольги типу АН спочатку здійснювалась в гальваностатичному режимі при струмі 40 мА на протязі 2 хв. (в деяких зразків цей час сягав 6 хв., поки струм на спадав до 10 мА при напрузі 10 В), потім до електролітичної комірки підключається RC - метр і формовка продовжувалась в потенціалстатичному режимі при 10 В до того часу поки загальний час обробки не досяг 10 хв. Подібна процедура використовувалась і для покриттів і з інших матеріалів – танталу, титану, нітриду титану.

Площа зразків складає $2 \times 5 \text{ см}^2$, формовка здійснювалась з двох сторін, відповідно, ємність зразків складалась з ємностей анодних шарів обох боків зразку.

В 0 приведені результати вимірювань та використані позначки - $U_{\text{Ф}}$ - напруга формовки, $C_{\text{Зр}}$ - ємність зразку, $I_{\text{В}}$ - струм витоку в кінці операції формовки, $C_{\text{П}}$ - ємність зразку при його площі 1 дм^2 , $C_{\text{Відн.}}$ - відношення ємності зразку з покриттям до ємності зразку без покриття, тобто ємності початкової фольги. ТІО - термоіонне осадження, ЕПВ - електронно-променеве випаровування, Т - товщина плівки. Напилення проводилось в атмосфері залишкового газу з тиском $1,1 \cdot 10^{-3} \text{ Па}$. В невказаних випадках використовувався метод ЕПВ та підкладка, що розміщувалась на плоскому підкладкотримачі, який обертався.

Аналіз 0 показує, що напилені покриття з алюмінію методами ЕПВ та ТІО (при напрузі негативного зміщення 0,5 кВ і струмі підкладкотримача – 0,15 А) не призводить до значних підвищень $C_{\text{Відн.}}$, а в випадку фольги типу АН навіть спостерігаються в окремих випадках зниження $C_{\text{Відн.}}$. Найбільший вплив виявився при нанесенні покриття на гладкі фольги та фольги типу КРТН: після формовки ємність зросла на 13 - 25 %. Найбільший вплив на початкову ємність

до формовки спостерігалось в випадку гладкої фольги, коли $C_{\text{Відн.}}$ зросла майже в два рази (цей показник характеризує початкову розгалуженість (шершавість) поверхні). У випадку нанесення покриття на нерухому гладку фольгу було отримано найбільше зростання ємності, що склало 4,17 та 2,0 для ємності до та після формовки. Слід відмітити, що перехід від імпульсного генератора з протяжністю імпульсів 0,5 мкс при частоті слідування 880 кГц до генератору ВЧГ4-4/27 з частотою коливань 27,12 МГц призвів до погіршення адгезії плівок. Плівки відшаровувались, як до формовки, так і в процесі її. Адгезія шарів перевірялась за методикою [118, 148].

Збільшення товщини покриття від 0,8 до 6,25 мкм також не призвело до значного збільшення $C_{\text{Відн.}}$.

В 0 приведені результати, що отримані при використанні магнетронного методу нанесення алюмінієвого покриття. В режимах, що відповідають третім строкам знизу, спочатку наносився підшар при першій величині тиску, а потім другий шар подвійної товщини при другій величині тиску. В останніх двох строках приведені режими, що використовувались при напиленні алюмінію в середовищі азоту (приведені парціальні тиски аргону та загальний тиск).

Аналіз отриманих даних свідчить про те, що нанесення алюмінієвого покриття на фольгу магнетронним методом призводить до збільшення початкової (до формовки) ємності в два рази в порівнянні з ємністю формованої гладкої фольги та збільшенню на $24 \div 25$ % ємності після формовки порівняно з ємністю формованої гладкої фольги. У випадку з фольгою типу КРТН початкова ємність практично не змінюється, а іноді $C_{\text{Відн.}}$ стає меншим одиниці. Ємність фольги типу КРТН після формовки зростає на $10 \div 14$ %, тобто в два рази менше, чим у випадку гладкої фольги.

Збільшення товщини покриття (часу напилення) не викликало істотного збільшення $C_{\text{Відн.}}$. Додаток азоту при напиленні покриття на гладку фольгу $C_{\text{Відн.}}$ більш істотна, чим у випадку фольги КРТН. Це можна пояснити тим, що у випадку гладкої фольги утворюється суцільний шар нітриду алюмінію, що

ускладнює формовку, а у випадку фольги типу КРТН шар нітриду несучільний із-за розгалуженості рельєфу фольги.

Якщо порівняти $C_{\text{Відн.}}$ для нерухомої підкладки в режимі ЕПВ і для магнетронного методу напилення, можна зробити висновок, що в режимі ЕПВ $C_{\text{Відн.}}$ вище, особливо в випадку гладкої фольги. Це можна пояснити тим, що із-за розсіювання атомів алюмінію в газовому середовищі під час магнетронного напилення знижується розгалуженість поверхні і питома ємність, як до формовки, так і після. $C_{\text{Відн.}}$ для гладкої фольги дещо вище у випадку магнетронного напилення і нерухомої підкладки, чим при методі ЕВП та підкладки, що обертається. Протилежний випадок спостерігається для фольги КРТН.

Були проведені експерименти з напиленням методом ТІО по методиці аналогічній напиленню алюмінію титанових та нітрид-титанових покриттів на алюмінієву фольгу. Товщина покриття в обох випадках складає близько 0,2 мкм. В Таблиця 5.4 наведені данні цих покриттів. Для титанового покриття це не являється дивовижним, так як діелектрична стала окислу титану вище сталої для окислу алюмінію. В випадку анодування нітриду титану ситуація менш зрозуміла.

Величина $C_{\text{питоме}}$ у титанового покриття вище, чим у нітриду-титанового покриття. Найбільший вплив типу покриття виявлено для гладкої фольги. З Таблиця 5.4 видно, що початкова ємність гладкої фольги до формовки зростає приблизно в 20 разів для титану і в 12 разів для нітриду титану порівняно з початковою гладкою фольгою. Це свідчить про розгалуженість рельєфу гладкої фольги після напилення. Найменший вплив напилення титанових покриттів спостерігався у випадку фольги типу АН, але і для неї нанесення титану призвело до збільшення ємності після формовки на 40 %.

Були також проведені експерименти з нанесення на алюмінієву фольгу танталового покриття. Покриття наносились магнетронним методом, товщина покриття складало $\approx 0,25$ мкм. В Таблиця 5.5 приведені данні цього покриття.

Як видно з Таблиця 5.5 нанесення танталового покриття призводить до збільшення $C_{Відн.}$ для всіх видів фольг. Особливо великий вплив спостерігався у випадку гладкої фольги, але і для фольги АН збільшення ємності після формовки складало 20 ÷ 40 % для різних зразків.

Таблиця 5.2

Результати досліджень зразків з конденсатором АІ - О, що отримані методами ТІО та ЕПВ.

Тип фольги.	U _ф , В	C _{зр} , мкФ	tg δ	I _в , мкА	C _п , мкФ/дм ²	C _{Відн.}	T, мкм	примітка
Гл	0	45,8	0,85		458	1,8	0,08	
	10	11,99	0,25	101,6	119	1,13		
	0	48,1	0,77		481	1,9	0,94	
	10	12,14	0,249	102,8	121	1,13		
	0	53,8	0,9		538	2,1	6,25	
	10	12,47	0,26		125	1,2		
	0	54,6	0,86		546	2,1	1,05	
	10	12,6	0,253	102,6	126	1,2		
	0	106,7	1,54		1067	4,17	1,8	ТІО
	10	21,37	0,34	170	214	2,0		нерухома підкладка
КРТН	0	218	3,8		2180	1,1	0,08	
	10	136	2,17	1000	1360	1,24		
	0	261	3,73		2610	1,32	0,94	
	10	132	2,05	1060	1320	1,21		
	0	298	3,9		2980	1,51	6,25	
	10	136	1,9	1050	1360	1,25		
	0	287	4,2		2870	1,46	1,05	
	10	131	2,1	832	1310	1,2		
	0	284	4,25		1840	1,45	1,8	ТІО
	10	132	1,9	415	1320	1,21		нерухома підкладка
АН-5	0	413	6,4		4130	1,0	0,08	
	10	184	3,17	2750	1840	0,7		
	0	461,4	6,87		4614	1,111	0,94	
	10	358	5,39	2090	3580	0,9		
	0	456,3	6,35		4563	1,1	6,25	
	10	292	4,5	6000	2920	0,75		
	0	479	7,0		4790	1,16	1,05	
	10	134,6	6,28	2861	4310	1,08		
	0	466	6,5		4660	1,13	1,9	ТІО
	10	335	4,6	573	3350	0,982		нерухома підкладка

Таблиця 5.3

Результати досліджень зразків, що покриті Al і отримані методом магнетронного напилення.

Тип фольги.	U _ф , В	C _{зр} , мкФ	tg δ	I _в , мкА	C _п , мкФ/дм ²	C _{відн.}	Тиск аргону, Торр
Гл.	0	53	1,04		530	2,08	2·10 ⁻³
	10	14,3	0,33	110,3	143	1,35	
	0	52,9	1,015		529	2,08	10 ⁻²
	10	13,8	0,31	100	138	1,3	
	0	56,5	1,03		565	2,2	5·10 ⁻²
	10	15,4	0,33	120	154	1,45	
	0	51,3	0,92		513	2,2	2·10 ⁻³
	10	13,5	0,29	97	135	1,27	
	0	52,36	0,88		524	2,05	10 ⁻²
	10	13,12	0,27	93,5	131	1,24	
	0	52,8	0,75		528	2,07	5·10 ⁻²
	10	13,8	0,33	95	132	1,24	
	0	51,8	1,01		518	2,03	10 ⁻³ +
	10	13,4	0,31	96	134	1,26	
	0	6,89	0,88		68,9	0,27	2,5·10 ⁻³ +
	10	2,5	0,27	93	25	0,24	азот=5·10 ⁻³
	0	13,7	0,4		137	0,54	2,5·10 ⁻² +
	10	4,3	0,36	265	43	0,41	азот=5·10 ⁻²

Тип фольги.	U _ф , В	C _{зр} , мкФ	tg δ	I _в , мкА	C _п , мкФ/дм ²	C _{вдн.}	Тиск аргону, Торр
КРТИ	0		2,13				2·10 ⁻³
	10	122,8	2,25	841	1228	1,13	
	0	208,9	2,76		1089	1,06	10 ⁻²
	10	122,7	1,85	489	1227	1,12	
	0	199,5	3,23		1995	1,01	5·10 ⁻²
	10	124,8	2,01	805	1248	1,14	
	0	208,3	3,2		2083	1,06	2·10 ⁻³
	10	121	1,83	757	1210	1,11	
	0	174,5	3,35		1745	0,88	10 ⁻²
	10	120	2,29	910	1200	1,1	
	0	185,4	3,32		1854	0,94	5·10 ⁻²
	10	124	2,27	862	1340	1,14	
	0	203,7	3,27		2037	1,03	10 ⁻³ +
	10	119,9	1,99	697	1199	1,1	5·10 ⁻²
	0	194	2,86		1940	0,98	2,5·10 ⁻³ +
	10	112,8	2,05	908	1128	1,03	азот=5·10 ⁻³
	0	179,8	3,31		1798	0,91	2,5·10 ⁻² +
	10	118	2,25	1307	1180	1,08	азот=5·10 ⁻²

Таблиця 5.4

Результати досліджень зразків, що покриті Ti та TiN і отримані методом ТЮ.

Тип фольги	U _ф , В	C _{зр} , мкФ	tg δ	I _в , мкА	C _п , мкФ/дм ²	C _{відл.}	Примітка
Покриття з титану							
Гл	0	540	4,71		5400	21,2	tg δ і I _в
Гл	10	24,6	0,23	99,16	246	2,32	відносятьс я
КРТН	0	942,2	7,99		9422	4,8	до зразків
КРТН	10	205	1,83	11169	2050	1,88	2×2 см ²
АН	0	1072	8,41		10720	2,6	C _{зр} - до
АН	10	562,2	4,47	1554	5622	1,42	2×5 см ²
Покриття з нітриду титану							
Гл	0	315	5,99		3150	12,35	
Гл	10	12,5	0,3	155	126	1,19	
КРТН	0	383	7,33		38030	1,94	
КРТН	10	128	2,82	1166	1280	1,17	
АН	0	520	10		5200	1,26	
АН	10	356	6,3	1659	3560	0,97	

Таблиця 5.5

Результати досліджень зразків, що покриті Ta і отримані методом магнетронного напылення.

Тип фольги	U _ф , В	C _{зр} , мкФ	tg δ	I _в , мкА	C _п , мкФ/дм ²	C _{відл.}	Примітка
Покриття з танталу							
Гл	0	188,2	2,0		1882	7,4	tg δ і I _в відносяться
Гл	10	24,1	0,31	59	241	2,3	до зразків 2×2 см ²
КРТН	0	562,5	5,73		5625	2,82	C _{зр} відносяться
КРТН	10	162,5	1,47	470	1625	1,5	до зразків 2×5 см ²
АН	0	881,5	7,43		8815	2,14	1 зразок
АН	10	559,5	4,62	1686	5595	1,41	
АН	0	892,5	6,82		8925	2,16	2 зразок
АН	10	469,4	1,18	733	4694	1,18	
АН	0	945	6,99		9450	2,29	3 зразок
АН	10	507,5	3,9	1000	5075	1,28	

5.5. Висновки до розділу 5.

1. Отримання розгалуженої поверхні за допомогою традиційних методів, таких як крацовка, піскоструминна обробка, хімічне та електро-хімічне травлення та їх комбінацій, вичерпало свої можливості. Крім того продукти хімічного та електро-хімічного травлення являються екологічнобрудними.

2. Нанесення покриттів з розгалуженою поверхнею в вакуумному середовищі має ряд переваг:

- а) використовуються надчисті речовини;
- б) процес проходить в вакуумному середовищі, що виключає додаткове забруднення об'єктів напилення під час процесу;
- в) зручне прецизійне керування властивостями плівок за допомогою операційних параметрів процесу;
- г) автоматизація процесу напилення;
- д) його екологічна чистота.

3. При реакційному нанесенні тонких плівок алюмінію в середовищі кисню спостерігається максимум підвищення розгалуженості поверхні при параметрі $P_{O_2}/V_k \sim 2,1 \cdot 10^{-1} \text{ Па} \cdot \text{хв}/\text{мкм}$ в вакуумній камері під час процесу.

4. Зміна тиску кисню, який напускається в вакуумну камеру, обумовлює суттєву зміну морфології поверхні: від граненої з відносно великими кристалітами до глобулярної структури з мікро- та наноелементами.

5. Дослідження зразків покриттів методом просвічуючої електронної мікроскопії, дифракції електронів, рентгеноструктурного аналізу та рентгенівського емісійного аналізу з електронним збудженням показали наявність в конденсатах тільки однієї кристалічної фази – алюмінію. При збільшенні вмісту кисню в конденсатах інтенсивність рентгенівських ліній зменшується і вони суттєво розширюються. Наявність в деяких зразках великої кількості кисню, порівняного з вмістом останнього в оксиді алюмінію, та відсутність дифракційних ліній оксидної фази свідчать про те, що кисень, можливо, зв'язаний в деякій аморфній фазі.

6. Максимальна ємність була отримана на зразках з сірим конденсатом. Питома ємність C_0 зразків досягала значень близько 150 мкФ/см^2 . Питома ємність гладкої алюмінієвої фольги, виміряної по аналогічній методиці, складала $C_0 = 0,6 \text{ мкФ/см}^2$.

7. Нанесення покриттів конденсату $\text{Al} - \text{O}$ утворює поверхню з розгалуженою структурою та ефективно збільшує питому ємність поверхні. Такі покриття можуть використовуватись як конвертуючі, світло- та теплопоглинаючі, сорбуючі та руйнуючі, покриття, що мають велику питому площу поверхні. Вони можуть використовуватись в різноманітних галузях народного господарства: в космічній, тепловакуумній, геліотехніці, в електролітичних конденсаторах, покриттях на електроди озонаторів, в руйнівниках газу, оптичних покриттях...

8. При дослідженні впливу методу напилення і матеріалу покриття на параметри анодної конденсаторної фольги було виявлено, що покриття, які отримані методами ТІО та ЕПВ відрізняються незначно, але при використанні методу ТІО з імпульсним збудженням плазми отримували кращу адгезію конденсату на алюмінієвій конденсаторній фользі. Гірші результати отримані при використанні магнетронного методу нанесення покриття, хоч вони призводить до збільшення початкової (до формовки) ємності в два рази в порівнянні з ємністю формованої гладкої фольги та збільшенню на $24 \div 25 \%$ ємності після формовки порівняно з ємністю формованої гладкої фольги. При нанесенні покриттів з титану та танталу також спостерігалось збільшення ємності, що пояснюється більшою діелектричною сталою для окислів цих металів в порівнянні з алюмінієм.

ВИСНОВОК ПО РОБОТІ

Проведений аналіз науково-технічної інформації дозволив зробити висновок, що покриття з розгалуженою (розвинутою) поверхнею мають унікальні властивості, вони можуть поглинати випромінювання певної довжини електромагнітної хвилі, сорбувати атоми та молекули певних речовин і відповідно мають широкий спектр застосування в таких приладах, як сенсори, каталізатори, гетери, конденсатори. Дисертаційна робота висвітлює та вирішує ряд науково-технічних задач, пов'язаних з отриманням згаданих покриттів за допомогою імпульсного іонно-плазмового осадження, створенням технологічного обладнання (імпульсних модуляторів) для їх осадження, дослідженням та аналізом процесів, що при цьому відбуваються, та визначає параметри, які впливають на структуру покриття і параметри, які потрібно використовувати при розробці та оптимізації імпульсних модуляторів технологічного призначення.

Основні наукові та практичні результати полягають в наступному:

1. На основі проведеного різностороннього аналізу відомих методів отримання покриттів з розгалуженою поверхнею було встановлено, що для отримання таких покриттів доцільно використовувати метод іонно-плазмового осадження в реакційному середовищі з імпульсним збудженням розряду. Генераторами потоку речовини ефективно використовувати системи зі схрещеними електромагнітними полями такими, як МРС або електронно-променевий випарник з індукційним збудженням розряду, що дозволяють використовувати стандартне вакуумне обладнання для нанесення тонкоплівкових покриттів, при цьому додатково застосовуються імпульсні модулятори для формування імпульсних потоків іонів в напрямку до об'єкту осадження.

2. Встановлено та експериментально доведено, що використання методів імпульсного іонно-плазмового осадження в реакційному середовищі має ряд переваг для осадження покриттів з розгалуженою поверхнею:

- зменшує ймовірність створення аварійних ситуацій, пов'язаних з дугоутворення, і відповідно позитивно впливає на кількість виходу якісних виробів;
- амплітуда та скважність є основними параметрами імпульсного режиму іонно-плазмового осадження, що впливають на адгезію та морфологію покриття, температуру мішені магнетрону та об'єкту нанесення покриття.

3. Розроблено та досліджено процес імпульсного термоіонного осадження алюмінію в реакційному середовищі кисню у вакуумі. Встановлено, що структура плівок змінюється в залежності від відношення тиску кисню у вакуумній камері до швидкості осадження (P_{O_2}/V_k). Зміна параметру P_{O_2}/V_k обумовлює суттєву зміну морфології поверхні: від граненої з відносно великими кристалітами до глобулярної структури з мікро- та нанoeлементами, що також спричиняє зміну кольору покриття від світлого до чорного, так при $P_{O_2}/V_k = 3,3 \cdot 10^{-2}$ Па·хв/мкм спостерігаються кристаліти з гранями до ~ 2 мкм з вмістом кисню в конденсаті Al-O 10,0 ат.% та питомою ємністю ~ 10 мкФ/см², при $9,6 \cdot 10^{-2}$ Па·хв/мкм – дрібніші кристаліти з гранями до $\sim 0,4$ мкм з вмістом кисню в конденсаті Al-O 33,9 ат.% та питомою ємністю ~ 100 мкФ/см², при $2,1 \cdot 10^{-1}$ Па·хв/мкм – крупноглобулярні структури діаметром до ~ 2 мкм з вмістом кисню в конденсаті Al-O 54,7 ат.% та питомою ємністю ~ 150 мкФ/см², при $4,5 \cdot 10^{-1}$ Па·хв/мкм – дрібноглобулярні структури діаметром до $\sim 0,4$ мкм з вмістом кисню в конденсаті Al-O 44,8 ат.% та питомою ємністю ~ 15 мкФ/см². Встановлено, що максимум підвищення розгалуженості поверхні спостерігається при $P_{O_2}/V_k \sim 2,1 \cdot 10^{-1}$ Па·хв/мкм. Таким чином, за допомогою параметру P_{O_2}/V_k можна керувати морфологією плівок і відповідно їх властивостями в оптичному діапазоні.

4. Дослідження зразків покриттів методом просвічуючої електронної мікроскопії, дифракції електронів, рентгеноструктурного аналізу та рентгенівського емісійного аналізу з електронним збудженням виявили наявність в конденсатах тільки однієї кристалічної фази – алюмінію. При

збільшенні вмісту кисню в конденсатах інтенсивність рентгенівських ліній зменшується і вони суттєво розширюються. Наявність у деяких зразках великої кількості кисню, порівняного з вмістом останнього в оксиді алюмінію, та відсутність дифракційних ліній оксидної фази свідчать про те, що кисень зв'язаний в деякій аморфній фазі.

5. Встановлено, що конденсати Al – O сірого кольору мали максимальну ємність і, відповідно, підвищену розгалуженість. За умови, коли питома ємність гладкої блискучої алюмінієвої фольги $C_0 = 0,6 \text{ мкФ/см}^2$, питома ємність зразків сірого кольору конденсату, виміряна за аналогічною методикою, сягала значень близько 150 мкФ/см^2 . Значне збільшення питомої ємності алюмінієвої конденсаторної фольги дозволило створити в НДИ "Уконд" ВО "Букон" м. Хмельницький дослідну технологію, за якої ємність серійних травлених фольг перевищувалась на 25- 80 % для робочих напруг 10 – 30 В.

6. При дослідженні впливу методу напилення та матеріалу покриття на параметри анодної конденсаторної фольги було виявлено, що покриття, які отримані методами термоіонного осадження та електронно-променевого випаровування близькі за характеристиками, але при використанні методу термоіонного осадження з імпульсним збудженням плазми отримано адгезійні конденсати на алюмінієвій конденсаторній фользі. Гірші результати отримані при використанні магнетронного методу нанесення покриття, хоч він призводить до збільшення початкової (до формовки) ємності в два рази порівнянно з ємністю формованої гладкої фольги та збільшенню на $24 \div 25 \%$ ємності після формовки порівнянно з ємністю формованої гладкої фольги. При нанесенні покриттів з титану та танталу також спостерігалось збільшення ємності, що пояснюється більшою діелектричною сталою для окислів цих металів порівнянно з алюмінієм.

7. Створено та досліджено імпульсні модулятори для живлення МРС та подачі імпульсного зміщення на підкладку для імпульсних систем осадження тонкоплівкових покриттів, що дозволило розширити можливості керування технологічними параметрами, які впливають на структури плівок. Використання

імпульсних технологій рекомендується при створенні нових типів покриттів, які зможуть бути використані в оптиці, наноелектроніці, машинобудуванні.

8. За допомогою створених імпульсних МРС досліджено особливості імпульсних розрядів в схрещених полях з піковими струмами до 2 А, питомою потужністю мішені до 145 Вт/см^2 та живленням від 2 кВ вакуумного пентодного модулятора в режимі джерела струму. Встановлено, що існування імпульсного розряду в схрещених полях для розроблених систем складається з трьох стадій його розвитку: перша – підйом напруги на магнетроні до напруги виникнення високовольтного розряду; друга – стадія високовольтного слабострумного розряду; третя – стадія, власне, формування сильнострумного розряду. Створено діаграми проходження стадій розвитку розряду в схрещених полях, як з підготовчим розрядом, так і без нього.

Встановлено, що для швидкого переходу до стадії високострумного розряду необхідне накопичення заряджених частинок у міжелектродному проміжку еквівалентних середній щільності струму розряду $0,4 \div 1 \text{ мА/см}^2$. Початкова концентрація заряджених частинок для переходу може бути забезпечена або короткотривалим високовольтним слабострумним розрядом, або підготовчим розрядом, або частинками, що залишились після попереднього імпульсу короткотривалого низьковольтного високострумного розряду. Зі збільшенням тиску газу, частоти імпульсів та амплітуди імпульсів час затримки зменшується.

Збільшення амплітуди струму розряду спричиняє до зростання відношення (іонний струм підкладки) / (струм розряду). Тому імпульсний режим розпилення магнетрона може значно покращити енергетичну іонну активацію поверхонь покриттів під час іонно-плазмового осадження.

Проведені дослідження та аналіз фізичних процесів корисні при визначенні робочих параметрів потрібних при розробці і створенні імпульсних модуляторів, які відповідно впливають на структури покриттів, отриманих за допомогою імпульсної МРС.

9. Виявлено та досліджено коливні процеси слабострумного розряду в схрещених полях, що пов'язані з баластним опором, паразитними ємностями та

індуктивностями ланцюгу живлення МРС. Період коливань знаходився в межах $\sim 20 - 80$ мкс при амплітудних значеннях піків струму $\sim 0,3 - 1,6$ А та напруги $\sim 500 - 650$ В для мішені 66×290 мм². У деяких режимах на катоді виникає позитивна напруга до 40 В на період до 10 мкс. Визначено зони для струмів та тисків, де існують коливання. Пояснено механізм виникнення коливань. Рекомендовано не використовувати подібні коливні режими в роботі імпульсної МРС під час технологічних процесів, тому що це може призвести до нестійкого формування сильнотрумного розряду.

10. Розглянуто і проаналізовано індукторну систему збудження розряду та встановлено, що в такій системі розряд може бути гібридного типу (Н- та Е-тип одночасно). Циркулярний струм збуджує розряд Н-типу, а різниця потенціалів між вітками – тліючий розряд Е-типу. Для пояснення фізичних процесів представлена еквівалентна схема індуктора. При імпульсному збудженні розряду відбувається придушення дугоутворень.

11. Розроблено бібліотеку моделей потужних комутуючих елементів з пентодними характеристиками для програм схемотехнічного моделювання. Моделі створювались на базі довідникових графічних характеристик і можуть бути адаптованими під комутатори з подібними характеристиками. Моделі були апробовані та рекомендуються для моделювання джерел живлення технологічного призначення.

12. Показано, що завдяки ВАХ, електронно-вакуумні комутатори доцільно використовувати в технологічних імпульсних модуляторах у дослідницьких цілях так, як їх можна розглядати, як джерела струму, які стримують розвиток дугоутворення в плазмовому навантаженні та можуть витримувати значні перевантаження по напрузі та струму під час аварійних коротких замикань, а також ефективно керувати властивостями та структурою тонких плівок.

ПЕРЕЛІК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ

1. В. П. Белевский, А. И. Кузьмичев, *Методы термоионного осаждения для нанесения металлических покрытий*, Киев: об-во “Знание” Украина, 1984.
2. В. А. Саенко, "Устройства термоионного осаждения", Приборы и техника эксперимента, № 5, с. 9–21, 1985.
3. А. Н. Пилянкевич, В. Ю. Куликовский, Л. Р. Шагинян, "Механизм синтеза пленок нитрида индия при термоионном реакционном осаждении", *Поверхность*, №10, с. 97 – 105, 1986.
4. Л. Н. Вакуленко, Щ. Я. Гаврилюк, А.С. Костенко, "Устройство для термоионного осаждения металлических покрытий", *Электронная промышленность*, вып. 3(171), с. 71-72, 1988.
5. I. V. Gusev, A. I. Kuzmichev, S. B. Sidorenko, "The structure and composition of the Al - O system condensates prepared by reactive ion plating" *Abstr. of Intern. Conf. "Modification of Properties of Surface Layers of Non-Semiconducting Materials Using Particle Beams"*, Sumy, 1993, p. 31.
6. Г. Н. Гордиенко, И. В. Гусев, А. И. Кузьмичев, С. Б. Сидоренко, А. И. Ямборко "Характеристики конденсатов алюминия, осажденных в среде активированной кислорода", на 3-й Харьковской вакуумной конф. совместно с семинаром-совещанием "Системы откачки ускорителей и термоядерных реакторов". Тезисы докл., Харьков, 1993, с. 13.
7. И. В. Гусев, А. И. Кузьмичев, С. Б. Сидоренко, "Характеристики покрытий из оксидированного алюминия, полученных реакционным ионным осаждением", *Матер. VI Междунар. симпоз. "Тонкие пленки в электронике"*, т. 1, Москва-Киев- Херсон, 1995, с. 46 – 49.
8. И. В. Гусев, А. И. Кузьмичев, В. И. Мельник, С. Б. Сидоренко "Электронно-ионные методы получения покрытий из оксидированного алюминия", *Proceeding First International Conference «New Leading-Edge Technologies in Mashine Building»*, Kharkov – Rybachie, 1995, p. 48.

9. A. I. Kuzmichov, S. B. Sidorenko, "The Use Of The Pulsed Treatment Regimes in Ion-Plasma Technology", *Book of Abstracts Second International Conference MPSL 96*, Sumy, 1996, p. 56.
10. A. I. Kuzmichev, O. N. Bevza, S. B. Sidorenko, "The magnetron sputtering system with pulse-modulated power supply" *Proc. Int. Conf. Plasma Physics and Plasma Technology*, Minsk, v. 4, pp. 718 – 720, 1997.
11. A.I. Kuzmichev, Yu.I. Melnik, S.B. Sidorenko, V.Yu. Kulikovsky, "Pulsed regimes of energy input to the gas discharge and the substrate for control of plasma treatment processes", *4-th Czech-Russian Seminar on Project Contact No 101 (98) "Electrophysical and Thermophysical processes in Low-Temperature Plasma"*, Czech Rep., Brno, 2000, proc. pp. 126-128.
12. A. Kuzmichev, S. Sidorenko, H. Steffen, R. Hippler, V. Kulikovsky, "Investigation of a pulsed magnetron sputtering discharge with a vacuum pentode modulator power supply", *Vacuum*, v. 72, n. 1, pp. 59 – 69, 2004. DOI:10.1016/S0042-207X(03)00100-3.
13. С. В. Денбновецкий, Р. Хипплер, А. И. Кузьмичев, В. Ю. Куликовский, С. У. Нисимов, С. Б. Сидоренко, "Запаздывание возникновения разряда в импульсных магнетронных распылительных устройствах", *Электроника и связь*. № 8, т. 2, с. 195 – 198, 2000.
14. А. И. Кузьмичев, В. Ю. Куликовский, С. Б. Сидоренко, "Динамические характеристики импульсной магнетронной распылительной системы", *Известия Академии наук. Сер. Физическая*, т.64, № 7, с. 1317-1321, 2000.
15. С. Б. Сидоренко, О. М. Бевза, Я. С. Сидоренко, "Дослідження чинників впливу на одержання розвинутої поверхні конденсату Al–O", *Наносистеми, наноматеріали, нанотехнології. Nanosistemi, Nanomateriali, Nanotehnologii*, т. 15, № 1, с. 133–139, 2017.
16. С. Б. Сидоренко, "Моделирование высоковольтного источника питания с электронно-вакуумным регулирующим элементом", *Электроника и связь*, вып. 4, ч. 2, с. 211 - 215, 1998.

17. А. И. Кузьмичёв, *Магнетронные распылительные системы*. Киев, Украина: Аверс, 2008, ISBN 966-8934-07-5.
18. Е. В. Берлинг, В. Ю. Григорьев, Л. А. Сейдман, *Индуктивные источники высокоплотной плазмы и их технологические применения*, Москва, Россия: Техносфера, 2018.
19. С. Б. Сидоренко, "Коливальні процеси слабострумного магнетронного розряду в розпилювальній системі", *Електроніка і зв'язь*, № 6, т. 2, 1999, с. 25 - 29.
20. С. Б. Сидоренко, "Выбор ключевых элементов для технологических импульсных модуляторов", *Електроніка і зв'язь*, вып. 2, ч. 1, с. 102 – 105, 1997.
21. С. Б. Сидоренко, "Отримання та дослідження конденсату Al-O з розвинутою поверхнею при реакційному іонному осадженні", *ElectronCommun*, v. 22, №3, 2017.
22. А. И. Кузьмичев, Ю. В. Мельник, С. Б. Сидоренко, А. В. Беспалько, + "Стабилизированный регулируемый источник питания для электронно-лучевого испарителя", *Електроніка і зв'язь*, вып. 4, ч. 3, с. 500 – 504, 1998.
23. А. И. Кузьмичев, С. Б. Сидоренко, О. Н. Бевза, "Магнетронные распылительные системы с импульсно-модулируемым питанием", *Proceeding First International Conference «New Leading-Edge Technologies in Mashine Building»*, Kharkov – Rybachie, 1996, p. 277.
24. А. И. Кузьмичев, С. Б. Сидоренко, О. Н. Бевза, "Импульсные магнетронные распылительные системы с электронно-вакуумными модуляторами", *Труды Украинского вакуумного общества*, Харьков, т. 3, с. 462 – 465, 1997.
25. С. Б. Сидоренко, М. В. Орел, "Схемотехническое моделирование каскадов лампово-полупроводникового модулятора для ионно-плазменных установок с помощью программы Pspice" *Сб. докл. Междунар. научно-техн. конф. "Проблемы физической и биомедицинской электроники"*, 1996, с. 250 – 252.

26. С. Б. Сидоренко, О. М. Бевза, Я. С. Сидоренко, "Технологія отримання розвинутої поверхні у вакуумному реакційному середовищі", *Матер. конф "Радіотехнічні поля, сигнали, апарати та системи"*, Київ, 2017, с. 247 – 249.
27. А. И. Кузьмичев, В. Ю. Куликовский, С.Б. Сидоренко, "Динамические характеристики импульсной магнетронной распылительной системы", *матер. конф. "Вакуумная наука и техника"*. Гурзуф. 1998, с. 174 - 178.
28. А. И. Кузьмичев, В. Ю. Куликовский, С.Б. Сидоренко, "Динамические характеристики импульсной магнетронной распылительной системы", *IX конф. по физике газового разряда*, тезисы докл., ч. 2, Рязань, 1998, с. 23 - 26.
29. A.I. Kuzmichev, V.Yu. Kulikovsky, S.B. Sidorenko, "Pulsed gas discharge magnetrons for sputtering. Peculiarities of their operation", *14th ISPC*, Prague, 1999, v. 2, p.729 – 734.
30. A.I. Kuzmichev, S.B. Sidorenko, L.Yu. Tsybulsky, V.Yu. Kulikovsky, "Pulsed discharges in magnetic field for thin film deposition", *12th Symp. on Application of Plasma Processes*,. Slovakia, Liptovsky Jan, 1999, Proc., pp. 188 – 189.
31. О.М. Бевза, С.Б. Сидоренко, А.В. Мумладзе, "Осаждение двухкомпонентного состава, содержащего магнитный материал, при помощи магнетронной распылительной системы", *Наносистеми, наноматеріали, нанотехнології. Nanosistemi, Nanomateriali, Nanotehnologii*, т. 14, № 4, с. 577–589, 2016.
32. А. І. Кузьмичев, Ю. Г. Мельник, С. Б. Сидоренко, "Джерело для живлення підготовчого розряду магнетронної розпилювальної системи", Пат. України №40305 (UA) 7 C23C14/35, 16.07.2001.
33. А. И. Кузьмичев, С. Б. Сидоренко, "Схемотехнический анализ системы для подачи импульсного напряжения на подложку при осаждении покрытий", *Сборник докл. Междунар. науч.-техн. конф. "Проблемы физической и биомедицинской электроники"*, Киев, 1995, с. 112-114.
34. Б. С. Данилин, "Нанесение тонких пленок в производстве микросхем (современное состояние и перспектива)", *Электроника (Итоги науки техники)*. Москва, СССР: ВИНТИ, т. 16, с. 145–179, 1984.

35. J. M. Harper, *"Ion beam techniques in thin film deposition from vapor phase"*, Solid State Technology, vol. 30, n 4, pp. 115–122, 1987.
36. В. А. Лабунов, Г. Рейссе, *"Ионно-лучевые источники для обработки поверхности твердых тел и получения твердых пленок"*, Зарубежная электронная техника, вып. 1 (247), с. 3–42, 1982.
37. А. П. Достанко и др., *Технологические процессы и системы в микроэлектронике: плазменные, электронно-ионно-лучевые, ультразвуковые*. Минск, Белоруссия: Бестпринт, 2011.
38. З. Ю. Готра, *Технология микроэлектронных устройств: Справочник*. Москва, Россия: Радио и связь, 1991.
39. Б. С. Данилин, *Применение низкотемпературной плазмы для нанесения тонких пленок*. Москва, СССР: Энергоиздат, 1989.
40. Л. Майссел, Р. Гленг, *Технология тонких пленок: Справочник*, Нью-Йорк, т. 2, Москва, СССР: Сов. Радио, 1977.
41. В. И. Капустин, А. С. Сигов, *Материаловедение и технологии электроники: Учеб. пособие*. Москва, Россия: ИНФРА-М, 2014. DOI 10.12737/3436.
42. Л. Майссела, Р. Гленга, пре. с англ. под ред. М. И. Елинсона, Г. Г. Смолко. *Технология тонких пленок. Справочник. Т. 1*, Москва, СССР: Сов. Радио, 1977.
43. Є. П. Калинушкін, та ін. *Тонкоплівкові матеріали та технології їх одержання: Навчальний посібник*. – Дніпропетровськ, Україна: НМетАУ, 2009.
44. Л. Холлэнд, *Нанесение тонких пленок в вакууме*, Ленинград, СССР: Госэнергоиздат, 1963.
45. В. П. Вейко, М. Н. Либенсон, *Лазерная обработка*, Ленинград, СССР: Лениздат, 1973.
46. Дж. Реди, *Промышленное применение лазеров*, Москва, СССР: Мир, 1981.
47. Н. Н. Рыкалин, А. А. Углов, А. Н. Кокора, *Лазерная обработка материалов*, Москва, СССР: Машиностроение, 1975.

48. В. Г. Днепровский, В. Н. Банков, *"Получение тонкопленочных слоев в вакууме с помощью излучения оптических квантовых генераторов"*, Зарубежная радиоэлектроника, №9, 1978.
49. *"Тематическая подборка статей по лазерной технике и технологии"*, Электронная промышленность, № 5–6, 1981.
50. Б. М. Смирнов, "Процессы с участием кластеров и малых частиц в буфетном газе". *Успехи физической науки*, т. 181, № 7, с. 713–745, 2011. DOI: 10.3367/UFNr.0181.201107b.0713.
51. Б. С. Данилин, В. П. Матузенко, *"Получение тонких пленок методом ионного покрытия"*, Зарубежная радиоэлектроника, № 2, с. 37–55, 1978.
52. Б. С. Данилин, В. Е. Минайчев, В. К. Сырчин, "Магнетронные системы ионного распыления", *Электронная промышленность*, вып. 5. с. 42–46, 1976.
53. А. І. Кузьмічов, О. Н. Бевза, С. Б. Сидоренко, О. Н. Панга, "Розробка та дослідження імпульсного іонно-плазмового методу отримання тонких плівок та покриттів складного вмісту". Звіт про науково-дослідну роботу. Київ, № держреєстрації 0195 U 002865, 1996 р.
54. Б. С. Данилин, *Применение низкотемпературной плазмы для нанесения тонких пленок*. Москва, СССР: Энергоиздат, 1989.
55. С. В. Дембновецкий, В. Т. Барченко, В. Д. Белоусов, А. И. Кузмичев, Л. Н. Шмырева, *Ионно-плазменные и ионно-лучевые устройства технологического назначения. Ч. 3: Учеб. пособие*. Киев, Украина: УМК ВО, 1992.
56. С. В. Дембновецкий, В. Т. Барченко, А. И. Кузмичев, Л. Н. Шмырева, *Моделирование генераторов плазмы: Учеб. пособие*. Киев, Украина: УМК ВО, 1990.
57. Б. С. Данилин, В. К. Сырчин, "Магнетронные распылительные системы", *Приборы и техника эксперимента*, №4, с. 7–18, 1978.
58. Данилин Б. С. "Магнетронные распылительные системы", *Зарубежная радио электроника*, №4, с. 87–105, 1978.

59. Б. С. Данилин, "Магнетронное распыление – универсальный метод получения тонкопленочных структур", *Электронная техника*, сер. 6, вып. 6. (179), с. 65–73, 1983.
60. Д. В. Духопельников, "Магнетронные распылительные системы с электромагнитами", дис. канд. тех. наук, МГТУ им. Н.Э. Баумана, Москва, Россия, 2007.
61. В. А. Лабунов, Н. И. Данилович, А.С. Уксусов, В. Е. Минайчев, "Современные магнетронные распылительные устройства", *Зарубежная электроника*, вып. 10, с. 3–62, 1982.
62. Б. С. Данилин, В. К. Сырчин, *Магнетронные распылительные системы*. 1982. Москва, СССР: Радио и связь, 1982.
63. А. И. Кузьмичев, "Модуляторы для импульсного питания магнетронных распылительных систем". *Мат. 7 Междунар. симпоз. "Тонкие пленки в электронике"*, Йошкар-Ола, с. 237-240, 1996.
64. A. I. Kuzmichev, V. Yu. Kulikovskiy, S. B. Sidorenko, "Pulsed Gas Discharge Magnetron for Sputtering. Peculiarities of Their Operation", *14-th International Symposium on Plasma Chemistry*, v. II, - Prague, 1999, p. 729 - 734.
65. Magpuls. Power supplies for plasma – and surface technology. Advantages of magpuls generators, Germany, p. 22, 1997.
66. Пат. США №3732158. МКИ C23C 15/00.
67. Пат. Япония №59-18625. МКИ C23C 15/00.
68. Пат. США №4419380. МКИ B05D 1/00.
69. Пат. США №3677799. МКИ C23C 13/00.
70. Пат. США №4500563. МКИ C23C 13/08
71. В.П. Белевский, и др. "Температурный режим кремниевой пластины в условиях импульсной ионной бомбардировки", *тез. докл. IX Всесоюзн. конф. по взаимодействию атомных частиц с твердым телом*, Москва, т. 2, с. 29. 1989.

72. J.A. Thornton, J.E. Greene . "Sputter deposition processes", *In Handbook of deposition technologies for films and coatings*. Ed. R.F. Bunshah. 2nd ed. USA: Noyes Publications, pp. 249-319, 1992.
73. J. A. Hopwood, *Thin film: Ionizat physical vapor deposition*, San Diego, USA: Academic Press, 2000.
74. U. Helmersson et al, "Ionized physical vapor deposition (IPVD): A review of technology and applications", *Thin film*, v. 513, pp. 1-24, 2006.
75. K. Wasa, S. Hayakawa, *Handbook of sputter deposition technology*, USA: Noyes Publications, 1992.
76. W. D. Westwood, "Reactive Sputtering". In *Physics of thin films. Advances in research and development. Contemporary preparation techniques*. Ed. M. H. Fragcjmibt, J. I. Vossen, San Diego, USA: Academic Press, pp. 1 – 79, 2000.
77. Проспекти інститута Fraunhofer Inctitut fur Elektronenstrahl- und Plasmatechnik (FEP), Дрезден, Германія.
78. Проспекти фірми VON ARDENNE ANLANGEN TECHNIK, Дрезден, Германія.
79. R. J. Hill, S. J. Nadel, *Coated glass, Applications and market*, Fairfield, CA, USA: BOC Coating Technology, 1999.
80. А. И. Кузьмичев, "Импульсные магнетронные распылительные системы", в сб. докл. 14-междунар. симп. "Тонкие пленки в оптике и электроние", Харьков, 2002, ч.1, с. 221 – 224.
81. А. И. Кузьмичев, О. Д. Вольпян, "Магнетронное нанесение оптических покрытий при питании магнетронов от резонансных источников тока", в мат. 20 междунар. симп. "Тонкие пленки в оптике и электроние", Москва, 2007, с. 336 – 355.
82. В. А. Крестов и др. "Газоразрядные коммутирующие приборы с магнитным управлением для прерывания тока до нескольких килоампер при напряжении до 100 кВ", Москва: ЦНИИ "Электроника", *Обзоры по электронной технике*, сер. 4, вып. 2(623), 1979.

83. S. P. Bugaev, N. N. Koval, N. S. Sochugov, A. N. Zakharov, "Investigation of high-current pulsed magnetron discharge initiated in the low-pressure diffuse arc plasma", in *Proc. XVIIth Int. Symp. on Discharges and Electr. Insulation in Vacuum*, Berkley, USA, 1996, p. 1074 - 1076.
84. V. Kouznetsov, K. Macak, J. M. Schneider et al., "A novel pulsed magnetron sputter technique utilizing very high target power densities", *Surf. Coat. Technol.*, v. 122. pp. 290 – 293, 1999.
85. K. Macak, V. Kouznetsov, J. M. Schneider et al., "Ionized sputter deposition using an extremely high plasma density pulsed magnetron discharge", *J. Vac. Sci. Technol. A.*, v. 18, n. 4, pp. 1533 – 1537, 2000.
86. P. Ehiasarian, R. New, W.-D. Miinz et al. "Influence of high power densities on the composition of pulsed magnetron plasmas", *Vacuum*, v. 65, pp. 147-154, 2002.
87. A. P. Ehiasarian, W.-D. Miinz, L. Hulman et al., "High power pulsed magnetron sputtered CrN_x films", *Surf. Coat. Techno*, v. 163/164, pp.267 – 272, 2003.
88. S. P. Bugaev, V. G Podkovyrov., N. S. Sochugov et al., "Ion-assisted pulsed magnetron sputtering deposition of ta-C films", *Thin Solid Films*, v. 389, pp. 16 - 26, 2001.
89. Л. Н. Закгейм, *Электролитические конденсаторы*, Москва - Ленинград, СССР: Госэнергоиздат, 1963.
90. Л. Юнг, *Анодные оксидные пленки*, Ленинград, СССР: "Энергия", 1967.
91. J. Lafait, S. Berthier, C. Sella, T.K. Vien. "PtAl₂O₃ selective absorber coatings for photothermal conversion up to 600°C", *J. Vacuum*, vol. 36, no 1–3, Jan.–Mar., pp – 125127, 1986. [https://doi.org/10.1016/0042-207X\(86\)90285-X](https://doi.org/10.1016/0042-207X(86)90285-X).
92. Г. Д. Чукин, *Строение оксида алюминия и катализаторов гидрообессеривания. Механизм реакций*. Москва, Россия: Паладин, 2010.
93. В. Т. Ренне, *Электрические конденсаторы*, Ленинград, СССР: "Энергия", 1969.
94. J. Katona, "Methods for increasing the specific capacity of electronic capacitor", *Acta Technica Acad. Scient. Hungaricae*, B. 8, № 6. t. XXIV, № 3 – 4, 1959.

95. А. А. Перовский, "Исследование алюминия для высоковольтных электролитических конденсаторов", *Легкие металлы*, №10, 1937.
96. G. Murrisset, "Influence of the Impurities in the Foil, Electrolyte and Paper in the Electrolytic Capacitor", *Jour. Electrochim. Soc.*, v. 99, № 7, 1952.
97. Th. Rummel, "Über Wachstum und Aufbau elektrolytisch erzeugter Aluminium Oxydschichten", *Z. Physik*, v. 99, p. 518, 1936.
98. F. Keller, M.S. Hunter, D.L. Robinson, "Structural features of oxide coatings on aluminum", *J. Electrochem. Soc.*, v. 100, pp. 411–419, 1953. doi:10.1149/1.2781142.
99. F. Keller, M. S Hunter, D. L. Robinson. " Closure to 'Discussion of 'Structural Features of Oxide Coatings on Aluminum' [F. Keller, M. S. Hunter, and D. L. Robinson (pp. 411–419)]'", *J. Electrochim. Soc.*, no 101, p. 335, 1954.
100. Э. С. Маркарян, "Динамика системы электролит – пористый оксид алюминия при анодировании в водном растворе щавелевой кислоты", *Конденсированные среды и межфазные границы*, т. 16, № 1, 2014. <https://journals.vsu.ru/kcmf/article/view/804/886>.
101. Dongdong Li, Chuanhai Jiang, Xin Ren, Mingce Long, Jianhua Jiang, Fabrication of porous anodic alumina membranes with ultrathick barrier layer", *Materials Letters*. v. 62, pp. 3228 – 3231, 2008. doi:10.1016/j.matlet.2008.02.026.
102. D. Losic, A. Santos Editors. Nanoporous Alumina. Fabrication, Structure, Properties and Applications, School of Chemical Engineering The University of Adelaide Adelaide, SA Australia: Springer, Springer Series in Materials Science, 2015 ISBN 978-3-319-20333-1. DOI 10.1007/978-3-319-20334-8.
103. R. Alkire, Ph. Bartlett, J. Lipkowski, *Electrochemical Engineering Across Scales: from Molecules to Processes*, *Advances in Electrochemical Science and Engineering*, Weinheim, Germany: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2015. ISBN: 9783527333455.
104. M. Paganelli, *Inst. sper. dei Metalli legg. Met. c Rapp.*, ser. VIII, № 196, 1958.

105. I. Levin, D. Brandon. "Metastable Alumina Polymorphs: Crystal Structures and Transition Sequences", *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 81, no. 8, pp. 1995-2012, Jan. 2005. <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1998.tb02581.x>.
106. Wu. Yuilun, "Deposition Of Aluminum Oxide By Evaporative Coating At Atmospheric Pressure (ECAP)", Submitted in partial fulfillment of the requirements for the degree of Master of Science in Nuclear, Plasma, and Radiological Engineering in the Graduate College of the University of Illinois at Urbana-Champaign, Urbana, Illinois, USA, 2013.
107. R. Li, L. Cheng. "Structural determination of $(\text{Al}_2\text{O}_3)_n$ ($n = 1-7$) clusters based on density functional calculation", *J. Computation and Theoretical Chemistry*, 996 (2012) 125-131. DOI: [10.1016/j.comptc.2012.07.027](https://doi.org/10.1016/j.comptc.2012.07.027).
108. E. Kay, F. Parmigiani, W. Parrish. "Microstructure of sputtered metal films grown in high- and low-pressure discharges". *J. Vac. Sci. Technol. A*, vol. 6, no 6, Nov/Dec, 1988, pp – 3074 – 3081. <https://doi.org/10.1116/1.575477>.
109. E. Bultinck, A. Bogaerts. "Particle-in-cell/Monte Carlo collisions treatment of an Ar/O₂ magnetron discharge used for the reactive sputter deposition of TiO_x films". *New J. Phys.*, vol. 11, p. 103010. <https://iopscience.iop.org/article/10.1088/1367-2630/11/10/103010/pdf>.
110. В. С. Коган, А. А. Сокол А.А., В. М. Шулаев, *Влияние вакуумных условий на формирование структуры вакуумных конденсатов. I. Взаимодействие активных газов с металлическими пленками: Обзор*. Москва, СССР: ЦНИИ атоминформ, 1987.
111. В. С. Коган, А. А. Сокол А.А., В. М. Шулаев, *Влияние вакуумных условий на формирование структуры вакуумных конденсатов. II. Взаимодействие активных газов с металлическими пленками: Обзор*. Москва, СССР: ЦНИИ атоминформ, 1987.
112. В. С. Коган, А. А. Сокол А.А., В. М. Шулаев, "Адсорбционный механизм формирования гранулированных пленок", *Вопросы атомной науки и техники. Сер.: Ядерно- физические исследования (теория и эксперимент)*, № 3(3), с. 69 – 73, 1989.

113. В.С. Коган, В. М. Шулаев, "Исследования в ННЦ ХФТИ по металлофизике вакуумных конденсатов, получаемых из разреженной парогазовой смеси". *Вопросы вакуумной науки и техники. Вакуумные, чистые, материалы, сверхпроводники*. Вып. 2(3), 3(4), Харьков, с. 111 – 119, 1998.
114. В. М. Шулаев, "Механизм формирования пленок в столбчатой структуре при конденсации паров металла в присутствии активного газа", на *Тонкие пленки в электронике*. Мат. V междунар. науч.-тех. конф., Москва–ЙошкарОла, с. 55 – 59, 1994.
115. Л. С. Палатник и др., "Структурные особенности и пористость поликристаллических вакуумных конденсатов алюминия" *Физика металлов и металловедение*, № 6, с. 1205 – 1212, 1978.
116. Л. С. Палатник, М. Я. Фукс, В. М. Косевич, *Механизм образования и субструктура конденсированных пленок*, Москва, СССР: "Наука", 1972.
117. А. Г. Знаменский, В. А. Марченко, "Магнетронное напыление при повышенных давлениях: процессы в газовой среде". *Журнал технической физики*, том 68, № 7, с. 24 – 32, 1998.
118. ТУП - 90. Фольга алюминиевая формованная для оксидно-электролитических конденсаторов. Технические условия УМО.045.428 ТУ.
119. *Микроинтерферометр Линника МИИ-4. Техническое описание и инструкция по эксплуатации*. Ленинградское оптико-механическое объединение, 1973.
120. *Электровакuumные приборы. Справочник. Т. IV. Генераторные лампы*. Научно-исследовательский институт. Изд. второе. ГМ-4Б, Гу-89, 1966.
121. *Электровакuumные приборы. Справочник. Т. XVI. Генераторные лампы*. Научно-исследовательский институт. Изд. третье. ГУ-53, Гу-81, 1972.
122. А. Д. Артым, *Ключевые генераторы гармонических колебаний*, Москва: Энергия, 1972.
123. Б.А. Подъяпольский, В.К. Попов, *Импульсные модуляторные лампы*, Москва: Советское радио, 1967.

124. В.И. Переводчиков, "Электронно-лучевые вентили", *Электротехника.*, №6, с. 512, 1980.
125. Д.Н. Горбатов, "Миниатюризированные импульсные коммутаторы. Исследование и разработка", автореф. докт. дисерт, Рязанский государственный радиотехнический университет, 1993.
126. А.И. Кузьмичев, "Переходные процессы в цепях питания импульсных распылительных систем", *Тр. Украинского вакуумного общества*, т.1, с. 112-116, 1995.
127. М.К. Марахтанов, А.Б. Понкратов, А.Ф. Потапов, "Работа генератора плазмы магнетронного типа на переменном токе частотой 50Гц", тез. док. *11 Всес. конф. "Генераторы низкотемпературной плазмы"*. Новосибирск, ч.1, с. 103-104. 1989.
128. О. Н. Бевза, А. И. Кузьмичев, "Импульсно-модулированное бестрансформаторное питание магнетронных распылительных систем", тез. докл. *Межотрасл. научно-практ. сем. "Вакуумная металлизация"*, Харьков, с. 131, 1996.
129. Б. М. Царев, *Расчет и конструирование электронных ламп*. Москва: "Энергия", 1967.
130. Э. Ю. Клейнер, *Основы теории электронных ламп. Учеб. пособие для специальности "Электронные приборы" вузов*. Москва: "Высш. Школа", 1974.
131. К. А. Бек, *Электронные лампы. Теория и конструирование*. Москва: "Советское радио", 1958.
132. Е. И. Манаев, *Основы радиоэлектроники Учеб, пособие для вузов*. Москва: "Советское радио", 1976.
133. Б. С. Агафонов, *Теория и расчет радиотелефонных режимов генераторных ламп*. Москва: "Советское радио", 1955.
134. Б. В. Кацнельсон, А. М. Калугин, А. С. Ларионов, *Электровакuumные и газоразрядные приборы: Справочник*. Москва: Радио и связь, с. 706 – 707, 1985.

135. В. М. Спивак, Т. А. Терещенко, В. Д. Шелягин, Г. М. Младенов, *Системи управління променевих технологічних установ*, Київ: Техніка, 1988.
136. В. Е. Лошкин, Ю. В. Зубченко, М. В. Трегубов и др., "Электроннолучевую сварочная аппаратура ЭЛА 60/50 мощностью 60 кВт", *Автоматическая сварка*, № 6, с. 36 – 48, 1980.
137. С. В. Покровский, "Системы питания электронно-лучевых технологических установок различной мощности и назначения", *Электротехника*, № 1, с. 40 – 42, 1992.
138. И. Н. Сливов. *Электроизоляция и разряды в вакууме*. Москва, СССР: Атомиздат, 1972.
139. А. И. Кузьмичев, А. И. Шендаков, "О регулярных колебаниях в тлеющем разряде со скрещенными полями", *Журнал технической физики*, том XLV, Ленинград: Наука, с. 1349-1350, 1975.
140. F. F. Chen Introduction to Plasma Physics and Controlled Fusion. New York: Plenum Press, 1990.
141. J. Musil, J. Lestina, Vlcek J, T. Toelg, J. Vac Sci Technol A, 2001,19: 420 – 4.
142. Л. А. Сейдман, "Получение пленок нитрида кремния реактивным распылением на постоянном токе", *Электронная промышленность*, вып. 4(132), с. 15 – 20, 1984.
143. S. Berg, T. Larsson, and H-O. Blom, "The use of nitrogen flow as a deposition rate control in reactive sputtering", *Journal of Vacuum Science & Technology*, v. A 4, pp. 594 – 597, 1986. <https://doi.org/10.1116/1.573855>.
144. V.Yu. Kulikovsky. Surf. Coat. Technol. 94/95(1998)97-105.
145. А.І. Кузьмичев, С.Б. Сидоренко, О.М. Бевза. *Методичні вказівки до лабораторних робіт з курсу "Технологічні основи електроніки" для студентів спеціальності "Електронні прилади та пристрої"*, НТУУ «КПІ», Київ, Україна, 2013. [Електронний ресурс]. Доступно: https://ela.kpi.ua/bitstream/123456789/29867/1/Met_lab-TOE.pdf. Дата звернення: Вер. 22, 2020.

146. "Соленоид", Материал из Википедии — свободной энциклопедии
<https://ru.wikipedia.org/wiki/%D0%A1%D0%BE%D0%BB%D0%B5%D0%BD%D0%BE%D0%B8%D0%B4#>
147. Ю.П. Райзер, М.Н. Шнейдер, Н.А. Яценко, *Высоочастотный емкостной разряд: Физика. Техника эксперимента. Приложения*. Москва: Изд-во Моск. Физ.-техн. Ин-та; Наука. Физматлит, 1995.
148. ОСТ 11040.019- 83.

ДОДАТКИ

Додаток А

Бібліотека вакуумних комутаторних елементів для технологічних
імпульсних модуляторів

Програма моделі пентоду ГУ-81М

```
*model gu-81M

.SUBCKT gu-81 k c1 c2 a
*           0 1 2 3
Cc1k k c1 28.5p
Cc1a c1 a 0.1p
Cak k a 23.5p
.MODEL D226 D (IBV=10)
Ra1 a a1 10meg
Ra2 a1 k1 35meg
Ra3 a k1 20meg
D1 k1 k D226
GA a k1 value={ .0005*(1-exp(((800-V(a,0)-(190-0.57*V(c1,0)+
+ 2.8E-3*V(c1,0)*V(c1,0)-7.81E-6*V(c1,0)*V(c1,0)*V(c1,0)))/80)))}
GA1 a1 k1 value={ V(a,0)/(9563.49-146.41*V(c1,0)+
+ 1.87*V(c1,0)*V(c1,0)-.0148*V(c1,0)*V(c1,0)*V(c1,0))}
Gc1 a1 k1 TABLE {v(c1,0)-.35*(600-V(c2,0))} (-400,0) (-205, 0)
+ (-150, .12) (-100, .38) (-50, .81) (0, 1.26) (50, 1.7) (90, 2.02)
Gc2 c21 k value {((v(c1,0)+(v(c2,0)-600)*.4+160)/(v(a,0)+300))+
+ (v(c1,0)+180+(v(c2,0)-600)*.4)/1000}
D2 c2 c21 D226
Rc2 c21 k 50meg
.ends
```

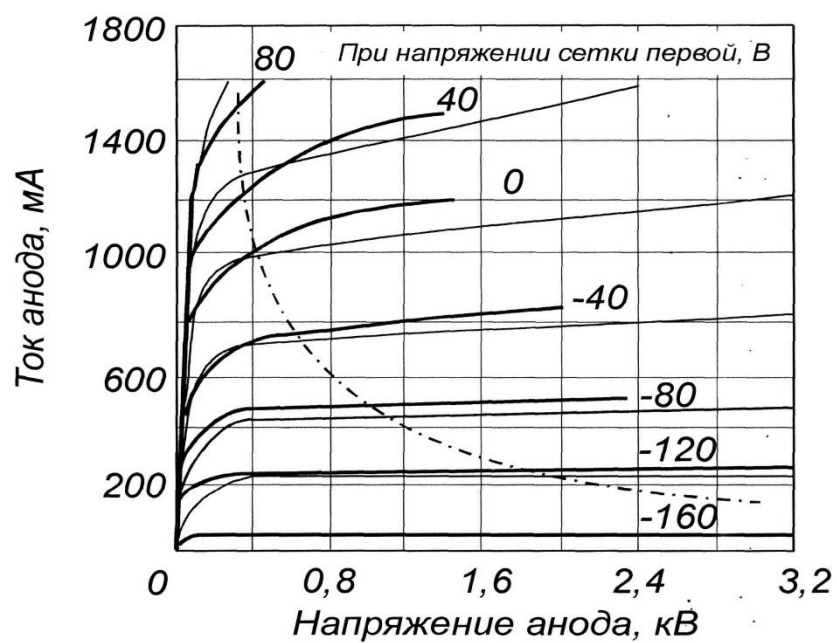


Рис. Б1. Змодельована (тонка лінія) та середньостатистична (жирна лінія) анодні характеристики пентоду ГУ – 81М

Програма моделі пентоду ГУ-53А

model GU-53A

Cac1 2 1 5p

Cak 2 0 75p

Cc1k 1 0 410p

GA 2 3 value {(v(1)+.143*v(4)+79)*(v(1)+.143*v(4)+79)*
+ (6.25E-5*LOG(v(2))-(1.4E-9*(v(1)-120)*(v(1)-120)+2.1E-4))-
+ 1.751e-3*v(1)-.32}

Gc2 4 6 value={ (1.5e-7*v(1)-2.36e-9*v(2)+2.8e-5+(1.3e-7*v(1)+
+ 4.2e-5)*exp(-v(2)/395))*(v(1)+180)*(v(1)+180)+
+ 1.128e-4*v(1)+2.03e-2}

VC1 1 0 -100

R1 1 0 35MEG

D1 3 0 Diod

D2 6 0 Diod

.MODEL Diod D(IBV=10)

R2 2 3 35MEG

Rn 5 2 11

VA 5 0 5K

VC2 4 0 500

R3 4 6 19MEG

*.dc lin vc1 -300 400 10 lin va 1k 10k 1k

.dc lin va 0 10k 100 lin vc1 -100 300 100

.PROBE

.END

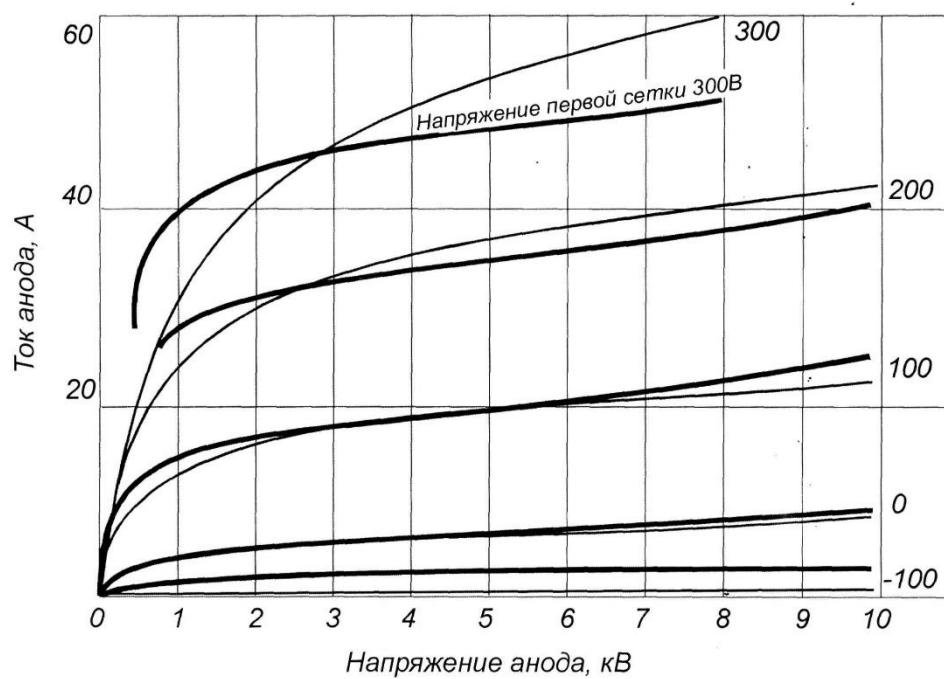


Рис. Б2. Змодельована (тонка) лінія та середньостатистична (жирна лінія) анодні характеристики пентоду ГУ – 53А

Програма моделі пентоду ГМ-4Б

```
.model GM-4B
.width in=132

Cc1k 0 c1 80p
Cac1 a c1 0.8p
Cak 0 a 16.5p
Ra1 a a1 10meg
Ra2 a1 k1 35meg
Ra3 a k1 20meg
D1 k3 0 D226
s1 k1 k2 a 0 sw1
s2 k2 k3 c1 0 sw2

.model sw2 vswitch (von=-150 voff=-151 ron=.0001 roff=100000Meg)
.model sw1 vswitch ( ron=.0001 roff=100000Meg)
GA a k1 value { (1.6229714+V(c1,0)*0.0269629+
+ pwr(V(c1,0),2)*1.069e-4)*(1-exp(-0.01*V(a,0)))}
GA1 a1 k1 value={ (0.000094+7.69375e-7*V(c1,0))*V(a,0)}
Gc22 c21 0 value {(300+6.75*V(c1,0)+0.25*pwr(V(c1,0),2)-
+ 0.001875*pwr(V(c1,0),3))*(0.001-0.0000121*V(c1,0)+
+ 8.4875e-9*pwr(V(c1,0),2)+8.95521e-10*pwr(V(c1,0),3))
+ *exp(-(0.001-0.0000121*V(c1,0)+8.4875e-9*pwr(V(c1,0),2)+
+ 8.95521e-10*pwr(V(c1,0),3))*v(a,0)) }
Gc1 a1 k1 table
+ { v(c1,0)-50-0.1*(1000-v(c2,0))} (-400, 0) + (-150, 0) (-120, 0)
+ (-80, .08) (-60, .2) (-40, .48) (-20, .88) (0, 1.4) (20, 2) (40, 2.6)
D2 c2 c21 D226
Rc2 c21 0 50meg
.MODEL D226 D (IBV=10)
```

va a 0 1.5k

vc2 c2 0 1000

vc1 c1 0 -20

*.dc lin va 0 9k 50 lin vc1 -100 60 20 ; *ipsp*

*.dc lin vc1 -300 50 50 lin vc2 800 1600 200 ; *ipsp*

.dc lin vc1 -140 100 10 lin va 1.5k 9k 1.5k ; *ipsp*

.PROBE

.end

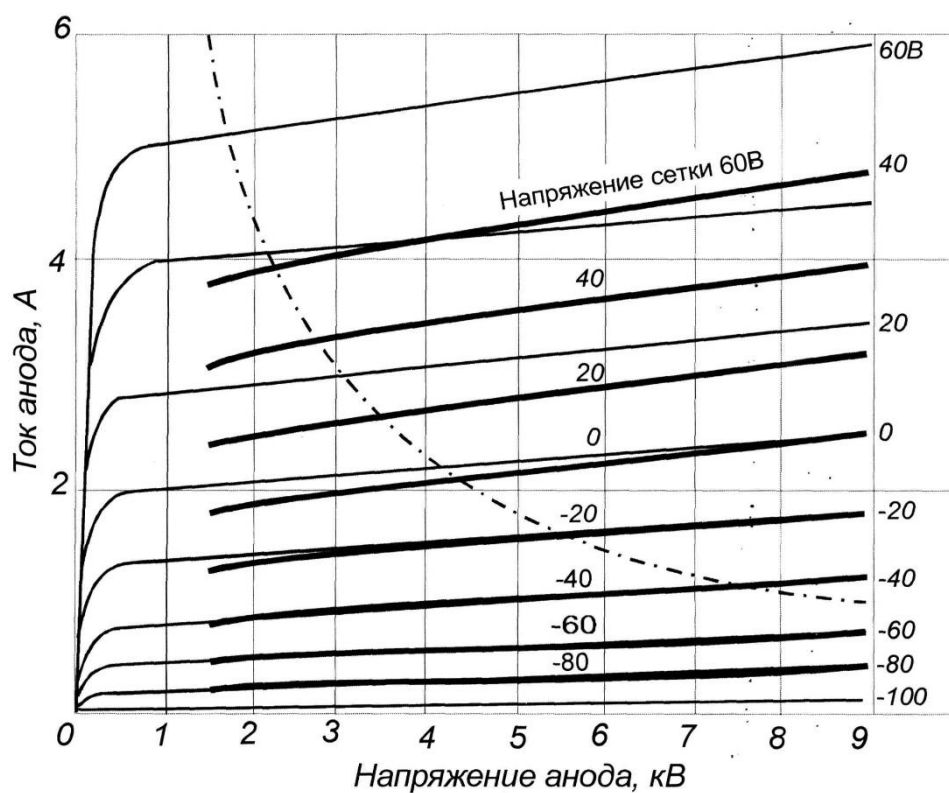


Рис. Б3. Змодельована (тонка) лінія та середньостатистична (жирна лінія) анодні характеристики пентоду ГМ – 4Б

Програма моделі пентоду ГУ-89А

```
.subckt GU-89A 20 1 2
* 20    1    2
* I      I  anod
* I      grid
* kathod
s1 a1 51 a 20  itst
.model itst vswitch (von=0.1 voff=0) ; *ipsp*
*model curent anod`
d2 11 52 mbr3520
s3 51 52 1 20 iii
.model iii vswitch (von=-200 voff=-240 roff=1e10)
vn 11 a 20
r2 a1 20 100k
gA0 A1 20 poly(1) (a,20) 7.06649e-2 0.3645529 0.0126743
e1 15 20 poly(1) (a,20) 3.0749e-3 2.8426e-3 -2.25e-4
r3 15 20 10meg
ga1 a1 20 value={V(15)*V(1)}
e2 3 20 poly(1) (a,20) 1.18e-5 4.18023e-7 -2.954554e-9
ga2 a1 20 value={V(1)*V(1)*V(3)}
e3 4 20 poly(1) (a,20) 0 -1.55188e-7 1.51048e-8
ga3 a1 20 value={V(a)*V(a)*V(1)*V(1)*V(4)}
r4 3 20 10meg
r5 4 20 10meg
e4 5 20 poly(1) (a,20) 6.978E-9 -1.47791e-8 3.1445e-9
ga4 a1 20 value={V(1)*V(1)*V(1)*V(5)}
e5 6 20 poly(1) (a,20) -4.16012e-10 2.5889e-11
ga6 a1 20 value={V(1)*V(1)*V(1)*V(a)*V(a)*V(a)*V(6)}
r6 5 20 10meg
```



```

r7 6 20 10meg
e6 7 20 poly(3) (a,20) (20,20) (20,20) -1.381e-11 -2.7527e-12 0 0 3.29776e-12 0 0 0 0
-3.22447e-13
ga7 a1 20 value={V(1)*V(1)*V(1)*V(1)*V(7)}
r8 7 20 10meg
r20 20 0 1
e a 20 2 20 1e-3
f 2 20 Vn -1
*model curent grid
ga10 21 20 poly(1) (1,20) -1.0618028 0.008436 -4.10842e-6
e11 19 20 poly(1) (1,20) 8.7484e-4 -7.81127e-6 6.55071e-9
ga11 21 20 value={v(19)*v(2)}
e12 16 20 poly(1) (1,20) -2.39202e-7 2.28053e-9 -2.30221e-12
ga12 21 20 value={v(16)*v(2)*V(2)}
e13 17 20 poly(1) (1,20) 2.64731e-11 -2.65108e-13 2.94022e-16
ga13 21 20 value={v(17)*v(2)*v(2)*v(2)}
e14 27 20 poly(1) (1,20) -1.02939e-15 1.06874e-17 -1.2542e-20
ga14 21 20 value={v(27)*v(2)*v(2)*v(2)*v(2)}
r11 19 20 10meg
r12 16 20 10meg
r13 17 20 10meg
r14 27 20 10meg
r15 21 20 100k
s2 21 20 20 1 itt
.model itt vswitch (von=0 voff=-.00001 ron=1u roff=1g) ; *ipsp*
d1 1 21 mbr3520
.model MBR3520 D
.ends

```

Програма моделі пентоду ГУ-50

GU-50

```
.SUBCKT GU-50 k c1 c2 a
```

```
Cc1k k c1 14p
```

```
Cac1 a c1 .09p
```

```
Cak k a 9p
```

```
R4 c2 k 1G
```

```
Gc1 a1 k1 VALUE={.41+.013*V(c1)+1.6E-4*V(c1)*V(c1)+  
+ 7.86E-7*V(c1)*V(c1)*V(c1)-.023}
```

```
GA a k1 value={.001*(1-exp(((300-V(a)-80-(9.78-1.44*V(c1))+  
+ .0332*V(c1)*V(c1)-.00062*V(c1)*V(c1)*V(c1)))/35)))}
```

```
R1 a k1 13K
```

```
R2 a a1 10K
```

```
R3 a1 k1 55K
```

```
D k1 k D226
```

```
.MODEL D226 D (IBV=10)
```

```
.ends
```

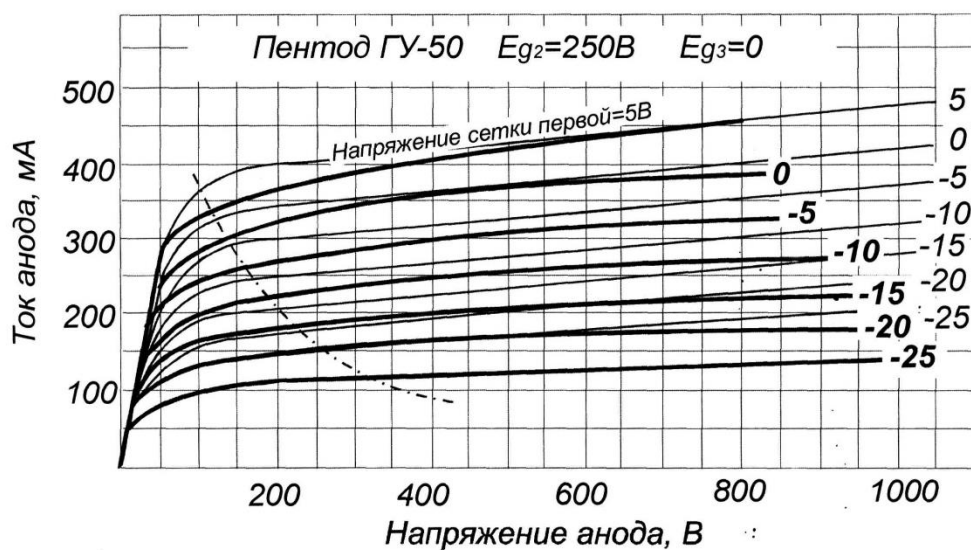


Рис. Б4. Змодельована (тонка) лінія та середньостатистична (жирна лінія) анодні характеристики пентоду ГУ – 50

Модель магнетрона для програм схемотехнічного моделювання

magnetron

.SUBCKT MAGN2 KM AM

W1 0 1 vi kluch1

.MODEL KLUCH1 ISWITCH (ION=0 IOFF=50M RON=1 ROFF=1G)

H1 1 4 VI 7E4

H2 2 4 VI 100

VH2 3 2 300

R1 4 1 1K

R3 0 3 1K

R 0 4 1MEG

E4 AM 6 0 4 -1

vi 6 KM 0

rvi AM 6 10K

ENDS

Модель імпульсного модулятора

Pulse device model

* імпульсний модулятор

.width in=132

.SUBCKT PENTOD k c1 c2 a

Cc1k k c1 15p

Cc1c2 c1 c2 1p

Cac2 a c2 4p

Cak k a 10p

Gc1 a k1 VALUE={(.41+.013*V(c1,k)+1.6E-4*V(c1,k)*V(c1,k)+7.86E-7*V(c1,k)*V(c1,k)*V(c1,k)-.023)}

GA a k1 value={.001*(1-exp((300-V(a,k)-80-(9.78-1.44*V(c1,k)+.0332*V(c1,k)*V(c1,k)-.00062*V(c1,k)*V(c1,k)*V(c1,k)))/35))}

R1 a k1 13K

R2 a a1 10K

R3 a1 k1 55K

D k1 k Ds

.MODEL Ds D (IBV=10)

.ends

R1 1 2 33

R2 3 4 33

R3 5 6 33

R4 6 7 33

R5 6 8 1000

R6 4 9 33

R7 4 10 2800

R8 11 1 100000

R10 1 14 33

C1 1 25 1uF

C2 6 0 10000pF

C3 11 0 10000pF

C6 4 13 .1uF

X1 0 2 5 3 pentod

X2 0 14 7 9 pentod

D2 1 11 D226D

V1 0 11 DC 10

VPULSE 25 0 PULSE (0 -50 0 0 0 100u 200u)

R11 13 16 33

R12 15 10 33

R13 27 13 1meg

R14 18 17 33

R15 8 18 1000

R16 10 20 33

R17 18 21 33

R18 22 0 6k

R19 13 19 33

C7 27 0 10000pF

C8 18 0 10000pF

C9 22 31 .5u

X3 22 16 17 15 pentod

X4 22 19 21 20 pentod

V12 0 27 DC 80

D1 27 13 D226D

R20 8 24 2000

C10 24 0 10000pF

V2 24 0 DC 260

C5 10 0 4000pF

V3 10 0 DC 400

x5 0 31 32 33 gu-80

x6 0 31 32 33 gu-80

ra 33a 33 1

va 33a 36 2k

La 36 OUT 20m

Ca 33a OUT 100u

Rout OUT 0 1k

vc2 32 0 600

vc1 37 0 -200

Rc1 31 37 100k

.model D226D D(BV=400 IBV=0.3e-6)

.model D814D d (is=523.500f n=1.17 bv=13

+ ibv=1.000u rs=3.8 tt=59.960n cjo=29.150p vj=.71 m=.41) ;

.SUBCKT gu-80 k c1 c2 a

Cc1k k c1 15p

Cc1c2 c1 c2 1p

Cac2 a c2 4p

Cak k a 10p

.MODEL Ds D (IBV=10)

Ra1 a a1 10meg

Ra2 a1 k1 35meg

Ra3 a k1 20meg

D1 k1 k Ds

```
GA      a      k1      value={ .0005*(1-exp((800-V(a,0)-(190-0.57*V(c1,0)+2.8E-
3*V(c1,0)*V(c1,0)-7.81E-6*V(c1,0)*V(c1,0)*V(c1,0)))/80))}
```

```
GA1     a1     k1     value={ V(a,0)/(9563.49-146.41*V(c1,0)+1.87*V(c1,0)*V(c1,0)-
.0148*V(c1,0)*V(c1,0)*V(c1,0))}
```

```
Gc1  a1  k1  TABLE {v(c1,0)-.35*(600-V(c2,0))} (-400,0) (-205, 0) (-150, .12)
(-100, .38) (-50, .81) (0, 1.26) (50, 1.7) (90, 2.02)
```

```
Gc22      c21      k      value      {(((v(c1,0)+(v(c2,0)-
600)*.4+160)/(v(a,0)+300)))+(v(c1,0)+180+(v(c2,0)-600)*.4)/1000}
```

```
D2 c2 c21 Ds
```

```
Rc2 c21 k 50meg
```

```
.ends
```

```
.probe
```

```
.tran 1u .4m 0
```

```
.end
```

Модель високовольтного джерела

SOURCE 10kW

.LIB QNOM.LIB

.LIB DIODE.LIB

.model D227 D ()

.param high = 7k

VP68 0 37 68

R1 38 37 10K

R2 37 36 120

QVT1 34 38 35 Q2T940B

QVT2 34 35 36 Q2T826B

R3 34 0 2K

R4 19 42 20K

R5 42 0 8.5K

R6 41 42 5.6K

C1 41 40 470p

QVT3 40 42 43 Q2T505A

R7 43 0 1K

R8 39 40 56K

DVD1 39 38 KD105B

VP22 33 0 -22

R9 33 44 22K

QVT4 44 45 43 Q2T505A

R10 45 46 9.1K

C2 46 0 20U

R11_1 46 0 2.3k
R11_2 46 47 2.4k
R12 33 47 680
R13_1 48 0 2.3k
R13_2 47 48 2.4K
;DVD2 47 0 KD105B
C4 33 0 50U
C3 48 0 20U
R14 48 49 4.3K
R15 33 50 4.3K
QVT5 50 49 51 Q2T505A
R16 51 0 1K
QVT6 52 54 51 Q2T505A
C5 52 54 120P
R17 53 52 22K
DVD3 53 38 KD105B
R18 54 22 3k
DVD4 21 34 KD105B
R22 21 0 15K

R23 0 22 6
R123 0 123 10
C123 22 123 10u
C6 c1 0 9100P
C7 c2 0 9100P
C8 0 c1 .1U
C9 0 2 .05U

R24 2 c2 33
R25 21 c1 33

C10 21 0 .1U

C11 2 0 2U

R26 1 2 1.1K

R126 1 0 660k

VIN800 1 0 800

R27 a 8 6MEG

C12 a 8 2U

R28 7 8 50

R29 8 9 25

R30 9 19 7.5MEG

R31 19 0 8k

R32 90 22 11

RL 9 90 10k

.model sw2 vswitch (von=-150 voff=-151 ron=.0001 roff=100000Meg)

.model sw1 vswitch (ron=.0001 roff=100000Meg)

.model swKZ vswitch (Von=9 Voff=0)

RUPRKZ 999 0 10k

VUPRKZ 999 0 PWL (0 0 15m 0 15.00001m 10 30m 10 30.1m 0)

SKZ 9 90 999 0 swKZ

Cc1k 0 c1 15p

Cc1c2 c1 c2 1p

Cac2 a c2 4p

Cak 0 a 10p

Ra1 a a1 10meg

Ra2 a1 k1 35meg

Ra3 a k1 20meg

D1 k3 0 D226

s1 k1 k2 a 0 sw1

s2 k2 k3 c1 0 sw2

GA1 a1 k1 value={ (0.000094+7.69375e-7*V(c1,0))*V(a,0) }

GA a k1 value={ (1.6229714+V(c1,0)*0.0269629+pwr(V(c1,0),2)*
+ 1.069e-4)*(1-exp(-0.01*V(a,0))) }

Gc22 c21 0 value={ (300+6.75*V(c1,0)+0.25*pwr(V(c1,0),2)
+ -0.001875*pwr(V(c1,0),3))*(0.001-0.0000121*V(c1,0)+
+ 8.4875e-9*pwr(V(c1,0),2)+8.95521e-10*pwr(V(c1,0),3))*
+ exp(-(0.001-0.0000121*V(c1,0)+8.4875e-9*pwr(V(c1,0),2)
+ +8.95521e-10*pwr(V(c1,0),3))*v(a,0)) }

Gc1 a1 k1 table { v(c1,0)-50-0.1*(1000-v(c2,0)) }

+ (-400, 0) (-150, 0) (-120, 0) (-80, .08) (-60, .2) (-40, .48) (-20, .88)
+ (0, 1.4) (20, 2) (40, 2.6)

D2 c2 c21 D226

Rc2 c21 0 50meg

.tran 30.000u .03 0 0

.step lin PARAM high 5.000k 16.000k 3.000k

V91 92 96 SIN (0 {high} 50 0 0 0)

V94 96 95 SIN (0 {high} 50 0 0 120)

R991 92 95 1MEG

V92 93 97 SIN (0 {high} 50 0 0 120)

V95 97 95 SIN (0 {high} 50 0 0 240)

R992 93 95 1MEG

V93 94 98 SIN (0 {high} 50 0 0 240)

V96 98 95 SIN (0 {high} 50 0 0 0)

R993 94 95 1MEG

D91 7 94 D227

D92 94 a D227

D93 7 93 D227

D94 93 a D227

D95 7 92 D227

D96 92 a D227

V81 82 86 SIN (0 {high} 50 0 0 60)

V84 86 85 SIN (0 {high} 50 0 0 180)

R891 82 85 1MEG

V82 83 87 SIN (0 {high} 50 0 0 180)

V85 87 85 SIN (0 {high} 50 0 0 300)

R892 83 85 1MEG

V83 84 88 SIN (0 {high} 50 0 0 300)

V86 88 85 SIN (0 {high} 50 0 0 60)

R893 84 85 1MEG

D81 7 84 D227

D82 84 a D227

D83 7 83 D227

D84 83 a D227

D85 7 82 D227

D86 82 a D227

.four 50 v(9)

.END

Додаток Д

Модель ВЧ-генератора

GENERATOR

```
x1 0 C1 A GU-89A
rd1 12 14 4
d1 C1 12 d
.model d d
vd1 14 0 -1
va 3 0 3600
c2 A 3 34n
l2 A 3 29u
l1 0 5 34u
c1 5 C1 6n
r1 C1 0 .5meg
Rn Rn 0 1.9k
k l2 l1 .2
l3 Rn 0 54u
k1 l2 l3 0.8
.lib GU-89A.lib
.tran .1u 500u 0 0 \uic
.probe
.end
```

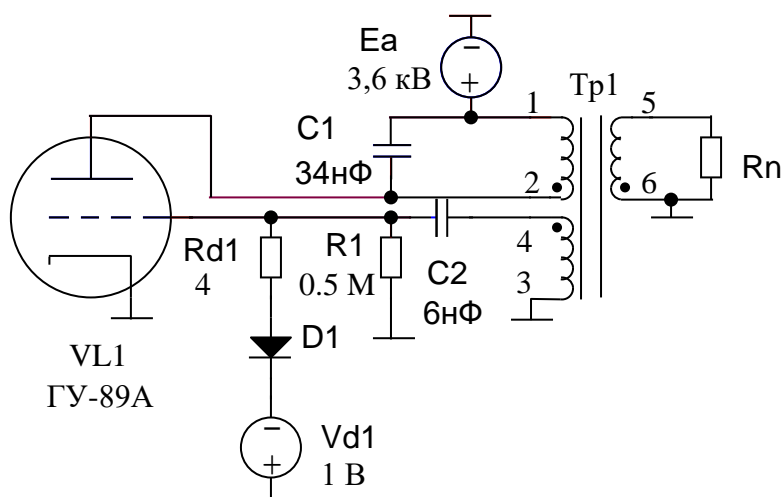


Рис.Д1. Схемотехнічна модель Автогенератору на ГУ-89А

Схема складається з активного елементу VL1, до аноду якого підключено джерело живлення через коливальний контур C1 та обмотка трансформатора Tr1 1-2. На сітку VL1 через конденсатор C2 поступає сигнал обмотки позитивного зворотного зв'язку Tr1 4-3. До обмотки 5-6 Tr1 під'єднується навантаження. Ланцюг Rd1 - D1 - Vd1 служить для стабілізації роботи схеми, що пов'язано з специфікою розрахунків самої програми.

Розрахунок перехідних процесів на аноді та керуючій сітці триоди ГУ-89А приведено на рис. Д.2.

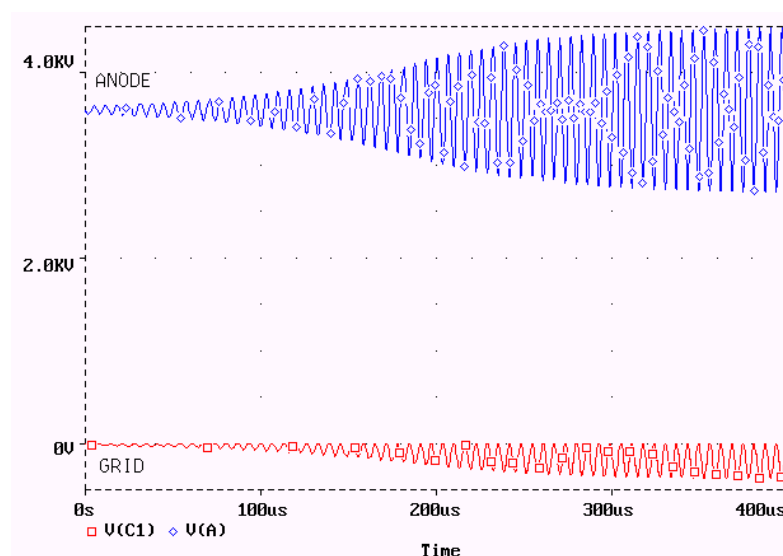


Рис. Д.2. Робота схемотехнічної моделі автогенератора на триоді ГУ-89А.

Додаток Ж

ДОКУМЕНТИ ПРО ВИКОРИСТАННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ ДИСЕРТАЦІЙНОЇ РОБОТИ

УКОНД

НАУКОВО-ДОСЛІДНИЙ ІНСТИТУТ

Україна, 280016,
м. Хмельницький, вул. Тернопільська, 19
№ 263809 в Проскурівському відділенні
АК АПБ "Україна", м. Хмельницький,
МФО 315342

ТЕЛЕКС 291029
ТЕЛЕГРАМ 291888 КОНДЕНСАТОР
ФАКС (03822) 2-23-96
ТЕЛЕФОН (03822) 2-22-50, 2-75-14

Наш № 54 від 1.03 1995р

Ваш № _____ від _____ 199 р

СПРАВКА

об использовании результатов научно-исследовательских работ

В течение 1992-1993гг. коллектив сотрудников Киевского политехнического института /доп., к.т.н. Гусев И.В., ст.исслед. Сидоренко С.Е./ под руководством доп. к.т.н. Кузьмичева А.И. выполнил по техническим заданиям НИИ "Уконд" /связи НИИ "Букон"/ Ю "Катион" цикл научно-исследовательских работ по определению условий получения анодной фольги для низковольтных электролитических конденсаторов с высокой удельной емкостью.

В результате выполненных работ была создана опытная технология реакционного термического и магнетронного напыления оксидов вольфрама, тантала, титана и нитрида титана на алюминиевую анодную фольгу и были изготовлены образцы с удельной емкостью для исходных гладких фольг, соответствующей емкости серийных травленных фольг типа АН-4 и Б, а для исходных травленных фольг - превышающих емкость серийных травленных фольг на 20-30% при рабочих напряжениях 10-30 В.

Полученные результаты используются при разработке промышленной технологии новых типов электролитических конденсаторов с улучшенными характеристиками.



председатель правления
НИИ "Уконд"

Г.Г. Гордиенко

Виконавець
ТЕЛ (03822)

«ЗАТВЕРДЖУЮ»

Перший проректор КПІ ім. Ігоря
Сікорського академік НАН України,
д.т.н., проф. Юрій ЯКИМЕНКО

« 02 » листопада 2020р.


А К Т

про використання результатів дисертаційної роботи провідного фахівця лабораторії комп'ютерного моделювання фізичних процесів в електроніці та плазмових технологіях кафедри електронних пристроїв та систем Національного технічного університету України «Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського» **Сидоренка Сергія Борисовича** у навчальному процесі.


Ми, що нижче підписалися, декан факультету електроніки д.т.н., проф. Жуйков В.Я., зав. кафедрою електронних пристроїв та систем д.т.н., проф. Ямненко Ю.С., проф., д.т.н., проф. Кузьмичев А.І. склали цей Акт про те, що результати дисертаційної роботи Сидоренка С.Б. **«Імпульсний розряд в схрещених полях для отримання покриттів з розгалуженою поверхнею»** впроваджені у навчальний процес кафедри електронних пристроїв та систем.

У дисципліні «Плазмова та імпульсна електроніка» в розділах "Методи та засоби отримання плазми. Види плазмових газових розрядів. Розряди постійного струму, НЧ, СЧ, ВЧ та НВЧ розряди. Розряди у магнітному полі", "Плазмові пристрої з іонним розпиленням для фізичного осадження тонких плівок та покриттів. Діодні та магнетронні пристрої", "Пристрої для іонного осадження", "Імпульсні модулятори з різноманітними накопичувачами енергії і ключовими приладами" відображено результати дослідження Сидоренка С.Б. імпульсного розряду в схрещених полях і впливу його характеристик на параметри процесу отримання покриттів, а також розробки імпульсних модуляторів і плазмових пристроїв для іонного розпилення та іонного осадження.


Декан факультету електроніки

 - д.т.н., проф. Валерій ЖУЙКОВ

Зав. каф. електронних
пристроїв та систем

 д.т.н., проф. Юлія ЯМНЕНКО

Проф. каф. електронних
пристроїв та систем

 д.т.н., проф. Анатолій КУЗЬМИЧЕВ

НАЦІОНАЛЬНА АКАДЕМІЯ НАУК УКРАЇНИ
ІНСТИТУТ ЕЛЕКТРОЗВАРЮВАННЯ ім. Є.О. ПАТОНА

ДЕРЖАВНЕ ПІДПРИЄМСТВО
НАУКОВО-ВИРОБНИЧИЙ ЦЕНТР
ЕНЕРГОЗБЕРІГАЮЧИХ КОНСТРУКЦІЙ І
ТЕХНОЛОГІЙ «ТЕХНОЛУЧ»

03680, м. Київ, вул. Боженка, 13 тел.(044) 529-50-36, факс (044)248-73-72

ДОВІДКА

про використання результатів дисертаційної роботи провідного фахівця факультету електроніки Національного технічного університету України «Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського» **Сидоренка Сергія Борисовича** на ДП "Науково-виробничий центр енергозберігаючих конструкцій і технологій "Технолуч" ІЕЗ ім. Є.О. Патона НАН України", далі ДП НВЦ "Технолуч".

Дана в тому, що на підприємстві ДП НВЦ "Технолуч" використовуються при виконанні науково-дослідних і дослідно-технологічних робіт наступні результати дисертаційної роботи Сидоренка С.Б.:

1. Виявлені особливості отримання розгалуженої поверхні методами імпульсного термоіонного та магнетронного осадження, включаючи екстремальний характер залежності питомої ємності поверхні від параметру P_0/V_k , та надані технологічні рекомендації.
2. Виявлені особливості формування мікроструктури розгалуженої поверхні на базі конденсату Al-O.
3. Методика вимірювання питомої ємності поверхні для визначення ступеню розгалуженості поверхні.
4. Виявлені особливості формування імпульсних розрядів в схрещених полях.
5. Рекомендації по апаратурному забезпеченню живлення розрядів в схрещених полях та керуванню мікроструктурою покриттів.

Директор ДП «НВЦ ЕКТ «Технолуч»
ІЕЗ ім. Є.О. Патона НАНУ

Казимиров Н.Н.

17.11.2017

